

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条)
[PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 SS1311	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220)及び下記5を参照すること。			
国際出願番号 PCT/JP00/08328	国際出願日 (日.月.年)	27.11.00	優先日 (日.月.年)	25.11.99
出願人(氏名又は名称) 株式会社資生堂				

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT18条)の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 3 ページである。 この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。
 この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。
 この国際出願に含まれる書面による配列表
 この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表
 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表
 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。
 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。3. 発明の单一性が欠如している(第II欄参照)。4. 発明の名称は 出願人が提出したものを承認する。 次に示すように国際調査機関が作成した。5. 要約は 出願人が提出したものを承認する。 第III欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1ヶ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。6. 要約書とともに公表される図は、
第 1 図とする。 出願人が示したとおりである。 なし 出願人は図を示さなかった。 本図は発明の特徴を一層よく表している。

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ A61k7/02, A61K7/00, B01F7/00, B01F3/12

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ A61k7/02, A61K7/00, B01F7/00, B01F3/12

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	J P, 9-286713, A (サンスター株式会社), 4. 11	1-8, 25, 27-29
Y	月: 1997 (04. 11. 97), 特に特許請求の範囲及び実施例, (ファミリーなし)	9-17, 18-24, 26, 30, 31
Y	E P, 546715, A1 (ハクメイア、イクワイブマント、コーパレイシャン), 16. 6月. 1993 (16. 06. 93), 特に特許請求の範囲及び実施例 & U S, 5184783, A & J P, 5-345120, A	1-31
Y	J P, 9-2815, A (株式会社コーワー), 7. 1月. 199	18-24

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

22. 02. 01

国際調査報告の発送日

06.03.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

上條 のぶよ

4 C 9454

上條

電話番号 03-3581-1101 内線 3450

C (続き) 関連すると認められる文献		関連する 請求の範囲の番号
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	
	7 (07. 01. 97), 特に特許請求の範囲及び実施例 (ファミリーなし)	
Y	JP, 9-2816, A (株式会社ヨーセー), 7. 1月. 1997 (07. 01. 97), 特に特許請求の範囲及び実施例 (ファミリーなし)	18-24
Y	WO, 98/16193, A1 (石原産業株式会社), 23. 4月. 1998 (23. 04. 98), 特に特許請求の範囲及び実施例 & JP, 9-208438, A	18-24

PCT

REQUEST

The undersigned requests that the present international application be processed according to the Patent Cooperation Treaty.

For receiving Office use only

International Application No.

27.11.00

International Filing Date

S S 1 3 1 1

Name of receiving Office and "PCT International Application"

Applicant's or agent's file reference
(if desired) (12 characters maximum)

Box No. I TITLE OF INVENTION

METHOD FOR PRODUCING COSMETIC PRODUCTS

Box No. II APPLICANT

Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)

SHISEIDO CO., LTD

5-5, Ginza 7-chome, Chuo-ku,
TOKYO 104-8010 JAPAN

This person is also inventor.

Telephone No. 03-3572-5111

Facsimile No.

Teleprinter No.

State (that is, country) of nationality:

J A P A N

State (that is, country) of residence:

J A P A N

This person is applicant for the purposes of:

all designated States

all designated States except the United States of America

the United States of America only

the States indicated in the Supplemental Box

Box No. III FURTHER APPLICANT(S) AND/OR (FURTHER) INVENTOR(S)

Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)

Katsuki OGAWA

c/o SHISEIDO RESEARCH CENTER (SHIN-YOKOHAMA),
2-1, Hayabuchi 2-chome, Tsuzuki-ku,
Yokohama-shi, KANAGAWA 224-8558 JAPAN

This person is:

applicant only

applicant and inventor

inventor only (If this check-box is marked, do not fill in below.)

State (that is, country) of nationality:

J A P A N

State (that is, country) of residence:

J A P A N

This person is applicant for the purposes of:

all designated States

all designated States except the United States of America

the United States of America only

the States indicated in the Supplemental Box

Further applicants and/or (further) inventors are indicated on a continuation sheet.

Box No. IV AGENT OR COMMON REPRESENTATIVE; OR ADDRESS FOR CORRESPONDENCE

The person identified below is hereby/has been appointed to act on behalf of the applicant(s) before the competent International Authorities as:

agent

common representative

Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country.)

9290 Patent Attorney Yuji IWAHASHI

1-11-8, Higashikanagawa, kanagawa-ku,
Yokohama-shi, KANAGAWA 221-0044 JAPAN

Telephone No.

045-453-4316

Facsimile No.

045-453-4317

Teleprinter No.

Address for correspondence: Mark this check-box where no agent or common representative is/has been appointed and the space above is used instead to indicate a special address to which correspondence should be sent.

Continuation of Box No. III FURTHER APPLICANT(S) AND/OR (FURTHER) INVENTOR(S)

If none of the following sub-boxes is used, this sheet should not be included in the request.

Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)

Kazuhisa OHNO

c/o SHISEIDO RESEARCH CENTER (SHIN-YOKOHAMA),
2-1, Hayabuchi 2-chome, Tsuzuki-ku,
Yokohama-shi, KANAGAWA 224-8558 JAPAN

This person is:

 applicant only applicant and inventor inventor only (If this check-box is marked, do not fill in below.)

State (that is, country) of nationality:

JAPAN

State (that is, country) of residence:

JAPAN

This person is applicant for the purposes of:

 all designated States all designated States except the United States of America the United States of America only the States indicated in the Supplemental Box

Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)

Akio NASU

c/o SHISEIDO RESEARCH CENTER (SHIN-YOKOHAMA),
2-1, Hayabuchi 2-chome, Tsuzuki-ku,
Yokohama-shi, KANAGAWA 224-8558 JAPAN

This person is:

 applicant only applicant and inventor inventor only (If this check-box is marked, do not fill in below.)

State (that is, country) of nationality:

JAPAN

State (that is, country) of residence:

JAPAN

This person is applicant for the purposes of:

 all designated States all designated States except the United States of America the United States of America only the States indicated in the Supplemental Box

Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)

Kyoko JOUICHI

c/o SHISEIDO RESEARCH CENTER (SHIN-YOKOHAMA),
2-1, Hayabuchi 2-chome, Tsuzuki-ku,
Yokohama-shi, KANAGAWA 224-8558 JAPAN

This person is:

 applicant only applicant and inventor inventor only (If this check-box is marked, do not fill in below.)

State (that is, country) of nationality:

JAPAN

State (that is, country) of residence:

JAPAN

This person is applicant for the purposes of:

 all designated States all designated States except the United States of America the United States of America only the States indicated in the Supplemental Box

Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)

Hiroshi FUKUI

c/o SHISEIDO RESEARCH CENTER (SHIN-YOKOHAMA),
2-1, Hayabuchi 2-chome, Tsuzuki-ku,
Yokohama-shi, KANAGAWA 224-8558 JAPAN

This person is:

 applicant only applicant and inventor inventor only (If this check-box is marked, do not fill in below.)

State (that is, country) of nationality:

JAPAN

State (that is, country) of residence:

JAPAN

This person is applicant for the purposes of:

 all designated States all designated States except the United States of America the United States of America only the States indicated in the Supplemental Box

Further applicants and/or (further) inventors are indicated on another continuation sheet.

Continuation of Box No. III FURTHER APPLICANT(S) AND/OR (FURTHER) INVENTOR(S)

If none of the following sub-boxes is used, this sheet should not be included in the request.

Name and address: *(Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)*

Hideo HATA

c/o SHISEIDO RESEARCH CENTER (SHIN-YOKOHAMA),
2-1, Hayabuchi 2-chome, Tsuzuki-ku,
Yokohama-shi, KANAGAWA 224-8558 JAPAN

This person is:

applicant only
 applicant and inventor
 inventor only *(If this check-box is marked, do not fill in below.)*

State *(that is, country) of nationality:*

JAPAN

State *(that is, country) of residence:*

JAPAN

This person is applicant
for the purposes of: all designated
States all designated States except
the United States of America the United States
of America only the States indicated in
the Supplemental Box

Name and address: *(Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)*

This person is:

applicant only
 applicant and inventor
 inventor only *(If this check-box is marked, do not fill in below.)*

State *(that is, country) of nationality:*State *(that is, country) of residence:*This person is applicant
for the purposes of: all designated
States all designated States except
the United States of America the United States
of America only the States indicated in
the Supplemental Box

Name and address: *(Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)*

This person is:

applicant only
 applicant and inventor
 inventor only *(If this check-box is marked, do not fill in below.)*

State *(that is, country) of nationality:*State *(that is, country) of residence:*This person is applicant
for the purposes of: all designated
States all designated States except
the United States of America the United States
of America only the States indicated in
the Supplemental Box

Name and address: *(Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)*

This person is:

applicant only
 applicant and inventor
 inventor only *(If this check-box is marked, do not fill in below.)*

State *(that is, country) of nationality:*State *(that is, country) of residence:*This person is applicant
for the purposes of: all designated
States all designated States except
the United States of America the United States
of America only the States indicated in
the Supplemental Box

Further applicants and/or (further) inventors are indicated on another continuation sheet.

Box No.V DESIGNATION OF STATES

The following designations are hereby made under Rule 4.9(a) (mark the applicable check-boxes; at least one must be marked):

Regional Patent

AP ARIPO Patent: **GH** Ghana, **GM** Gambia, **KE** Kenya, **LS** Lesotho, **MW** Malawi, **SD** Sudan, **SL** Sierra Leone, **SZ** Swaziland, **TZ** United Republic of Tanzania, **UG** Uganda, **ZW** Zimbabwe, and any other State which is a Contracting State of the Harare Protocol and of the PCT

EA Eurasian Patent: **AM** Armenia, **AZ** Azerbaijan, **BY** Belarus, **KG** Kyrgyzstan, **KZ** Kazakhstan, **MD** Republic of Moldova, **RU** Russian Federation, **TJ** Tajikistan, **TM** Turkmenistan, and any other State which is a Contracting State of the Eurasian Patent Convention and of the PCT

EP European Patent: **AT** Austria, **BE** Belgium, **CH** and **LI** Switzerland and Liechtenstein, **CY** Cyprus, **DE** Germany, **DK** Denmark, **ES** Spain, **FI** Finland, **FR** France, **GB** United Kingdom, **GR** Greece, **IE** Ireland, **IT** Italy, **LU** Luxembourg, **MC** Monaco, **NL** Netherlands, **PT** Portugal, **SE** Sweden, and any other State which is a Contracting State of the European Patent Convention and of the PCT

OA OAPI Patent: **BF** Burkina Faso, **BJ** Benin, **CF** Central African Republic, **CG** Congo, **CI** Côte d'Ivoire, **CM** Cameroon, **GA** Gabon, **GN** Guinea, **GW** Guinea-Bissau, **ML** Mali, **MR** Mauritania, **NE** Niger, **SN** Senegal, **TD** Chad, **TG** Togo, and any other State which is a member State of OAPI and a Contracting State of the PCT (if other kind of protection or treatment desired, specify on dotted line)

National Patent (if other kind of protection or treatment desired, specify on dotted line):

<input type="checkbox"/> AE United Arab Emirates	<input type="checkbox"/> LR Liberia
<input type="checkbox"/> AL Albania	<input type="checkbox"/> LS Lesotho
<input type="checkbox"/> AM Armenia	<input type="checkbox"/> LT Lithuania
<input type="checkbox"/> AT Austria	<input type="checkbox"/> LU Luxembourg
<input type="checkbox"/> AU Australia	<input type="checkbox"/> LV Latvia
<input type="checkbox"/> AZ Azerbaijan	<input type="checkbox"/> MA Morocco
<input type="checkbox"/> BA Bosnia and Herzegovina	<input type="checkbox"/> MD Republic of Moldova
<input type="checkbox"/> BB Barbados	<input type="checkbox"/> MG Madagascar
<input type="checkbox"/> BG Bulgaria	<input type="checkbox"/> MK The former Yugoslav Republic of Macedonia
<input type="checkbox"/> BR Brazil	<input type="checkbox"/> MN Mongolia
<input type="checkbox"/> BY Belarus	<input type="checkbox"/> MW Malawi
<input type="checkbox"/> CA Canada	<input type="checkbox"/> MX Mexico
<input type="checkbox"/> CH and LI Switzerland and Liechtenstein	<input type="checkbox"/> NO Norway
<input checked="" type="checkbox"/> CN China	<input type="checkbox"/> NZ New Zealand
<input type="checkbox"/> CR Costa Rica	<input type="checkbox"/> PL Poland
<input type="checkbox"/> CU Cuba	<input type="checkbox"/> PT Portugal
<input type="checkbox"/> CZ Czech Republic	<input type="checkbox"/> RO Romania
<input type="checkbox"/> DE Germany	<input type="checkbox"/> RU Russian Federation
<input type="checkbox"/> DK Denmark	<input type="checkbox"/> SD Sudan
<input type="checkbox"/> DM Dominica	<input type="checkbox"/> SE Sweden
<input type="checkbox"/> EE Estonia	<input type="checkbox"/> SG Singapore
<input type="checkbox"/> ES Spain	<input type="checkbox"/> SI Slovenia
<input type="checkbox"/> FI Finland	<input type="checkbox"/> SK Slovakia
<input type="checkbox"/> GB United Kingdom	<input type="checkbox"/> SL Sierra Leone
<input type="checkbox"/> GD Grenada	<input type="checkbox"/> TJ Tajikistan
<input type="checkbox"/> GE Georgia	<input type="checkbox"/> TM Turkmenistan
<input type="checkbox"/> GH Ghana	<input type="checkbox"/> TR Turkey
<input type="checkbox"/> GM Gambia	<input type="checkbox"/> TT Trinidad and Tobago
<input type="checkbox"/> HR Croatia	<input type="checkbox"/> TZ United Republic of Tanzania
<input type="checkbox"/> HU Hungary	<input type="checkbox"/> UA Ukraine
<input type="checkbox"/> ID Indonesia	<input type="checkbox"/> UG Uganda
<input type="checkbox"/> IL Israel	<input checked="" type="checkbox"/> US United States of America
<input type="checkbox"/> IN India	<input type="checkbox"/> UZ Uzbekistan
<input type="checkbox"/> IS Iceland	<input type="checkbox"/> VN Viet Nam
<input type="checkbox"/> JP Japan	<input type="checkbox"/> YU Yugoslavia
<input type="checkbox"/> KE Kenya	<input type="checkbox"/> ZA South Africa
<input type="checkbox"/> KG Kyrgyzstan	<input type="checkbox"/> ZW Zimbabwe
<input type="checkbox"/> KP Democratic People's Republic of Korea	
<input checked="" type="checkbox"/> KR Republic of Korea	
<input type="checkbox"/> KZ Kazakhstan	
<input type="checkbox"/> LC Saint Lucia	
<input type="checkbox"/> LK Sri Lanka	

Check-boxes reserved for designating States which have become party to the PCT after issuance of this sheet:

.....

.....

Precautionary Designation Statement: In addition to the designations made above, the applicant also makes under Rule 4.9(b) all other designations which would be permitted under the PCT except any designation(s) indicated in the Supplemental Box as being excluded from the scope of this statement. The applicant declares that those additional designations are subject to confirmation and that any designation which is not confirmed before the expiration of 15 months from the priority date is to be regarded as withdrawn by the applicant at the expiration of that time limit. (Confirmation (including fees) must reach the receiving Office within the 15-month time limit.)

Box No. VI PRIORITY CLAIM		<input type="checkbox"/> Further priority claims are indicated in the Supplemental Box.		
Filing date of earlier application (day/month/year)	Number of earlier application	Where earlier application is:		
		national application: country	regional application: regional Office	international application: receiving Office
item (1) 25. 11. 99	11-334101	JAPAN		
item (2) 06. 01. 00	2000-890	JAPAN		
item (3) 06. 01. 00	2000-891	JAPAN		

The receiving Office is requested to prepare and transmit to the International Bureau a certified copy of the earlier application(s) (only if the earlier application was filed with the Office which for the purposes of the present international application is the receiving Office) identified above as item(s):

* Where the earlier application is an ARIPO application, it is mandatory to indicate in the Supplemental Box at least one country party to the Paris Convention for the Protection of Industrial Property for which that earlier application was filed (Rule 4.10(b)(ii)). See Supplemental Box.

Box No. VII INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

Choice of International Searching Authority (ISA) (if two or more International Searching Authorities are competent to carry out the international search, indicate the Authority chosen; the two-letter code may be used): ISA / JP	<input type="checkbox"/> Request to use results of earlier search; reference to that search (if an earlier search has been carried out by or requested from the International Searching Authority):
--	---

Date (day/month/year) Number Country (or regional Office)

Box No. VIII CHECK LIST; LANGUAGE OF FILING

This international application contains the following number of sheets:	This international application is accompanied by the item(s) marked below:
request : 5	1. <input checked="" type="checkbox"/> fee calculation sheet
description (excluding sequence listing part) : 9 b	2. <input type="checkbox"/> separate signed power of attorney
claims : 5	3. <input type="checkbox"/> copy of general power of attorney; reference number, if any
abstract : 1	4. <input type="checkbox"/> statement explaining lack of signature
drawings : 2	5. <input type="checkbox"/> priority document(s) identified in Box No. VI as item(s)
sequence listing part of description : 0	6. <input type="checkbox"/> translation of international application into (language):
Total number of sheets : 109	7. <input type="checkbox"/> separate indications concerning deposited microorganism or other biological material
	8. <input type="checkbox"/> nucleotide and/or amino acid sequence listing in computer readable form
	9. <input type="checkbox"/> other (specify):

Figure of the drawings which
should accompany the abstract:

Language of filing of the
international application: Japanese

Box No. IX SIGNATURE OF APPLICANT OR AGENT

Next to each signature, indicate the name of the person signing and the capacity in which the person signs (if such capacity is not obvious from reading the request).

Yuji IWAHASHI (Seal)

For receiving Office use only

1. Date of actual receipt of the purported international application:	2. Drawings: <input type="checkbox"/> received: <input type="checkbox"/> not received:
3. Corrected date of actual receipt due to later but timely received papers or drawings completing the purported international application:	
4. Date of timely receipt of the required corrections under PCT Article 11(2):	
5. International Searching Authority (if two or more are competent): ISA / JP	6. <input type="checkbox"/> Transmittal of search copy delayed until search fee is paid.

For International Bureau use only

Date of receipt of the record copy
by the International Bureau:

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTICE INFORMING THE APPLICANT OF THE COMMUNICATION OF THE INTERNATIONAL APPLICATION TO THE DESIGNATED OFFICES

(PCT Rule 47.1(c), first sentence)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

IWAHASHI, Yuji
1-11-8, Higashikanagawa
Kanagawa-ku
Yokohama-shi
Kanagawa 221-0044
JAPON

Date of mailing (day/month/year)

31 May 2001 (31.05.01)

Applicant's or agent's file reference

SS1311

IMPORTANT NOTICE

International application No.

PCT/JP00/08328

International filing date (day/month/year)

27 November 2000 (27.11.00)

Priority date (day/month/year)

25 November 1999 (25.11.99)

Applicant

SHISEIDO CO., LTD. et al

1. Notice is hereby given that the International Bureau has communicated, as provided in Article 20, the international application to the following designated Offices on the date indicated above as the date of mailing of this Notice:

KR,US

In accordance with Rule 47.1(c), third sentence, those Offices will accept the present Notice as conclusive evidence that the communication of the international application has duly taken place on the date of mailing indicated above and no copy of the international application is required to be furnished by the applicant to the designated Office(s).

2. The following designated Offices have waived the requirement for such a communication at this time:

CN,EP

The communication will be made to those Offices only upon their request. Furthermore, those Offices do not require the applicant to furnish a copy of the international application (Rule 49.1(a-bis)).

3. Enclosed with this Notice is a copy of the international application as published by the International Bureau on 31 May 2001 (31.05.01) under No. WO 01/37795

REMINDER REGARDING CHAPTER II (Article 31(2)(a) and Rule 54.2)

If the applicant wishes to postpone entry into the national phase until 30 months (or later in some Offices) from the priority date, a demand for international preliminary examination must be filed with the competent International Preliminary Examining Authority before the expiration of 19 months from the priority date.

It is the applicant's sole responsibility to monitor the 19-month time limit.

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination.

REMINDER REGARDING ENTRY INTO THE NATIONAL PHASE (Article 22 or 39(1))

If the applicant wishes to proceed with the international application in the national phase, he must, within 20 months or 30 months, or later in some Offices, perform the acts referred to therein before each designated or elected Office.

For further important information on the time limits and acts to be performed for entering the national phase, see the Annex to Form PCT/IB/301 (Notification of Receipt of Record Copy) and Volume II of the PCT Applicant's Guide.

The International Bureau of WIPO
34, chemin des Colombettes
1211 Geneva 20, Switzerland

Authorized officer

J. Zahra

Facsimile No. (41-22) 740.14.35

Telephone No. (41-22) 338.83.38

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION CONCERNING
SUBMISSION OR TRANSMITTAL
OF PRIORITY DOCUMENT

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

IWAHASHI, Yuji
1-11-8, Higashikanagawa
Kanagawa-ku
Yokohama-shi
Kanagawa 221-0044
JAPON

Date of mailing (day/month/year) 11 February 2001 (11.02.01)
Applicant's or agent's file reference SS1311
International application No. PCT/JP00/08328
International publication date (day/month/year) Not yet published
Applicant SHISEIDO CO., LTD. et al

IMPORTANT NOTIFICATION

International filing date (day/month/year)
27 November 2000 (27.11.00)Priority date (day/month/year)
25 November 1999 (25.11.99)

1. The applicant is hereby notified of the date of receipt (except where the letters "NR" appear in the right-hand column) by the International Bureau of the priority document(s) relating to the earlier application(s) indicated below. Unless otherwise indicated by an asterisk appearing next to a date of receipt, or by the letters "NR", in the right-hand column, the priority document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).
2. This updates and replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents.
3. An asterisk(*) appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b). In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.
4. The letters "NR" appearing in the right-hand column denote a priority document which was not received by the International Bureau or which the applicant did not request the receiving Office to prepare and transmit to the International Bureau, as provided by Rule 17.1(a) or (b), respectively. In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

Priority date	Priority application No.	Country or regional Office or PCT receiving Office	Date of receipt of priority document
25 Nove 1999 (25.11.99)	11/334101	JP	26 Janu 2001 (26.01.01)
06 Janu 2000 (06.01.00)	2000/890	JP	26 Janu 2001 (26.01.01)
06 Janu 2000 (06.01.00)	2000/891	JP	26 Janu 2001 (26.01.01)

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No. (41-22) 740.14.35	Authorized officer Somsak Thiphakesone Telephone No. (41-22) 338.83.38
--	--

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001年5月31日 (31.05.2001)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/37795 A1

(51) 国際特許分類⁷: A61K 7/02, 7/00, B01F 7/00, 3/12

(21) 国際出願番号: PCT/JP00/08328

(22) 国際出願日: 2000年11月27日 (27.11.2000)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願平11/334101

1999年11月25日 (25.11.1999) JP
特願平2000-890 2000年1月6日 (06.01.2000) JP
特願平2000-891 2000年1月6日 (06.01.2000) JP

(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 株式会社 資生堂 (SHISEIDO CO., LTD.) [JP/JP]; 〒104-8010 東京都中央区銀座7丁目5番5号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: および

(75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 小川克

基 (OGAWA, Katsuki) [JP/JP]. 大野和久 (OHNO, Kazuhisa) [JP/JP]. 那須昭夫 (NASU, Akio) [JP/JP]. 城市京子 (JOUCHI, Kyoko) [JP/JP]. 福井 寛 (FUKUI, Hiroshi) [JP/JP]. 壱英夫 (HATA, Hideo) [JP/JP]; 〒224-8558 神奈川県横浜市都筑区早瀬2丁目2番1号 株式会社 資生堂 リサーチセンター(新横浜)内 Kanagawa (JP).

(74) 代理人: 弁理士 岩橋祐司 (IWAHASHI, Yuji); 〒221-0044 神奈川県横浜市神奈川区東神奈川1-11-8 Kanagawa (JP).

(81) 指定国(国内): CN, KR, US.

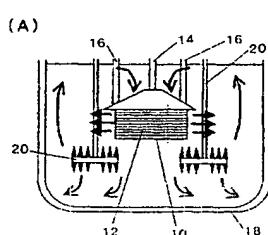
(84) 指定国(広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

添付公開書類:
— 國際調査報告書

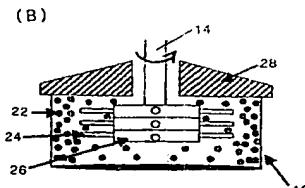
2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイドスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING COSMETICS

(54) 発明の名称: 化粧料の製造方法



(57) Abstract: A method for producing cosmetics, characterized in that it comprises a step of dispersing a powder component in an oil component or an aqueous component by means of a media mill; a method for producing cosmetics comprising a step of imparting hydrophobic property to a powder by the use of a media mill; and a method for producing cosmetics comprising using a dispersion of a hydrophobic powder containing a clay mineral modified by an organic material. The method is suitable for powder cosmetics, oil cosmetics, emulsion cosmetics and lip colors and can be used for producing powder-containing cosmetics having improved feelings in use and being capable of satisfactorily exhibiting the functionality of the powder.



WO 01/37795 A1



(57) 要約:

本発明の目的は、粉末を含む化粧料の使用性を改善し、かつ粉末の機能を十分に発揮しうる化粧料の製造方法を提供することにある。上記目的を達成するため、本発明の化粧料の製造方法は、媒体ミルを用いて、粉末成分と油性成分又は水性成分を分散することを特徴とする。本発明の化粧料の製造方法は、粉末化粧料、油性化粧料、乳化化粧料、口紅に適用される。また、媒体ミルを用いた粉体の疎水化処理工程を含む化粧料の製造方法が提供される。さらに有機変性粘土鉱物を含む疎水化粉末分散体を用いた化粧料の製造方法が提供される。

明細書

化粧料の製造方法

本出願は、1999年11月25日付け出願の日本国特許出願平成11年第334101号、2000年1月6日付け出願の日本国特許出願2000年第890号、2000年1月6日付け出願の日本国特許出願2000年第891号の優先権を主張しており、ここに折り込まれるものである。

[技術分野]

本発明は化粧料の製造方法、とくに化粧料に含まれる粉末の機能性及び使用性を改善する化粧料の製造方法に関する。

[背景技術]

粉末を配合した主な化粧料としては、ファンデーションやサンスクリーン、口紅などが挙げられる。これら粉末を配合した化粧料は製法的には、粉末化粧料、油性化粧料、乳化化粧料がある。また、従来の粉末機能の改善方法として、疎水化粉体の配合がある。しかしながら、従来の化粧料の製造方法では、配合された粉末の機能を十分に生かすことができなかった。また、固形の化粧料においては、衝撃に弱かったり、折れやすいという欠点があった。さらに、従来の粉末を含む化粧料は、粉っぽい感触をもつことがあり、使用性に劣ることがあった。以下、各化粧料別に背景技術を詳述する。

粉末化粧料

粉末化粧料とは、粉末成分を主体とし、結合剤として油性成分や界面活性剤等を添加混合した原料成分を、金属や樹脂製の中皿に充填、あるいはさらにプレス成型して、得られる化粧料のことをいう。通常粉末化粧料は、パフ、スポンジ、ブラシなどの化粧用具にて使用される。

粉末化粧料は従来、ヘンシェルミキサー、ナウターミキサー、リボンブレンダー、ニーダー等の攪拌混合機を用いて、粉末成分と結合剤としての油性成分や界面活性剤等を混合し、パルペライザー等の粉碎機にて粉碎した後、金属や樹脂製の中皿に充填、あるいはさらに乾式プレス成型をして製造していた。

近年、粉末化粧料においては、使用感などの実用特性を改善すべく種々製造方法や成型法の開発がされている。例えば、化粧料基剤にアルコール等の溶剤を添加してスラリーとし、ついで該スラリーを容器に充填した後、前記溶媒を真空吸引により除去する化粧料の充填固化方法（特許第1556592号）や、粉末成分として特定の粉末を配合した固形粉末メーキャップ化粧料の製造方法（特開平7-277924号公報）等が提案されている。

しかしながら、最近の使用者ニーズの多様化、高度化とも相俟って、実用特性や耐衝撃性等の点において、さらなる向上が求められている。

また、主にパウダリーファンデーションにおいて、汗や皮脂に対する化粧持ちの向上や水使用を可能にする目的で粉体表面を疎水化処理した粉体を配合することで、夏用の両用ファンデーションが製造されてきた。

しかしながら、上記両用ファンデーションにおいては、あらかじめ粉体表面をシリコーン等で疎水化処理された粉体を用いているが、この場合ファンデーション製造工程以外に、あらかじめ粉体の疎水化処理が必要となり、時間や経済性の点で欠点があった。

油性化粧料および乳化化粧料

油性化粧料の製造は、一般に粉体を含む色材を油性成分とロールミルなどにより混練し、凝集した粉体を一次粒子にまで分散したペースト状の組成物を、固形剤と他の油性成分などを加熱融解したところに添加しディスパーなどで攪拌混合し、充填、成型という方法で行われる。また、もう一つの油性化粧料の製造方法としては、粉末部をパルペライザーなどの粉碎機にて事前に粉碎し、それを油性成分とディスパーなどで混合し、さらにスティック状の場合は、固形剤、油剤を加熱溶解したところに添加しディスパーなどで混合した後、充填、成型という方

法で行われる。

しかしながら、前記方法で油性化粧料を製造する場合、事前にロールミル処理工程やパルペライザー粉碎工程が必要となるため製造コスト、製造時間の点で不利となる。ロールミル工程は熟練した技術が必要であり、大量製造ができないなどの問題を抱えている。さらに微粒子粉末のような比表面積が大きなもの配合する場合、粉末比を大きく下げないとロールミル処理ができない。そのため、微粒子の酸化鉄などは透明感に優れ、紫外線防御効果があることが知られていたが、実際には配合されていないのが現状である。またパルペライザー工程は作業環境が悪く、紫外線防御効果付与の目的で油性ファンデーションに配合される微粒子酸化チタン・微粒子酸化亜鉛の粉碎・分散が充分ではない。また、配合量に見合った紫外線防御効果が得られない場合などの問題が存在し、微粒子粉末配合の化粧料の製造方法としては不適である。また透明性、紫外線防御効果の付与が期待できる微粒子酸化鉄の配合も同様の理由で不適であるため、こちらは実施されていないのが現状である。

乳化化粧料に関して、これまでの研究では、微粒子酸化チタンの分散体の製造（特開平9-208438）、油分散体およびその製造方法（特許登録6-61457）、及び分散性良好な組成物およびそれを含有する化粧料（特開平10-167946）などがあるが、どれも横型連続式のサンドミルと呼ばれるパイプ、モーターを利用した循環式の媒体ミルを使用している。

しかしながら、これら分散体をサンスクリーンや乳化ファンデーションに配合する場合、分散体の供給・コストの問題や、分散体製造までの時間的な制約があり簡単に配合できないのが現状である。

そこで、分散体製造から乳化化粧料製造までを一括して行なう製造方法が望まれていた。しかしながら、上記循環式のサンドミルでは、粉末を油剤に分散はできても水相部を添加するところがないので、乳化は不可能であった。また、このタイプの媒体ミルは、分散装置の外に予備混合装置が別個に必要、同一の強い機械力にて分散するため様々なタイプの粉末が配合される乳化化粧料の製造には不

適、分散装置以外にも予備攪拌装置や循環パイプなどを使用するため洗浄が容易にできない、などの問題があった。

また、化粧料などの各種組成物には、微粒子二酸化チタン、微粒子酸化亜鉛などの各種粉体が配合される。これらの粉体、特に無機性粉体は通常その表面が親水性であるため、そのまま油性基材中へ配合することは困難であり、凝集を生じることも多い。この結果、組成物の安定性に問題を生じるとともに、微粒子二酸化チタンに期待される紫外線散乱効果など、粉体が本来有している機能の発揮にも支障を生じる。

そこで、従来より粉体表面に疎水化処理を施し、親油性を高める手法、あるいは特定の分散剤とともに粉体をあらかじめ油性分散媒中に分散させた分散体が各種開発されてきた。例えば後者の例としては特開平9-208438に記載の微粒子二酸化チタンシリコーン分散体等があり、これは微粒子二酸化チタンをシリコーン中に分散剤とともに分散させるものである。

しかしながら、前述したように粉体の表面をあらかじめ疎水化処理した場合などは、その粉体を化粧料などの組成物中に配合して混合する際に加えられる剪断力により表面処理部分が削り取られ、油性基材中の分散性が低下してしまう場合がある。

また、従来の分散体は、分散媒であるシリコーン中で経時的に粉体の沈降を生じる場合があり、製品の安定製造を図る上で好ましくない。

また、微粒子二酸化チタン、微粒子酸化亜鉛などの粉体は乳化化粧料製造の際、粉体を含む油相部に、界面活性剤を添加し水相部を加えて乳化すると、粉体と界面活性剤、及び水との相互作用により、凝集を生じることがある。この結果、組成物の安定性に問題を生じるとともに、微粒子二酸化チタンに期待される紫外線散乱効果など、粉体が本来有している機能の発揮にも支障を生じることがあった。

口紅

口紅の製造は、一般に着色剤粉末を油剤とロールミルなどにより混練し、一次

粒子化されたペースト状の組成物を固形剤と他の油剤などを加熱融解したところに添加し、ディスパーなどで攪拌混合し、充填、成型という方法で行われている。

しかしながら、前記通常の方法で口紅を製造する場合、事前にロールミル処理工程が必要となるため製造コスト、製造時間の点で不利となる。ロールミル工程は熟練した技術が必要であり、大量製造ができないなどの問題を抱えている。さらに配合される着色剤粉末に関しても粉碎・分散しにくいため、機能的な問題からも新しい分散装置が求められていた。

また、配合される着色剤粉末の粉碎・分散が充分でなかっただめ、発色が充分でなく色調のよい口紅が得られなかつたり、つや、のびが不充分であつたり、さらには固形口紅においては折れやすいという問題点があった。

一方、塗料やインキなどの分野では、近年ロールミルに替わり媒体ミルを顔料分散の手段として用いるようになってきた。媒体ミルは、ロールミルよりも粉体の粉碎・分散に優れ、大量製造も可能な装置である。また、粉体を配合する目的で、近年酸化チタンや酸化亜鉛の油分散体が製造されている。分散体の製造には通常媒体ミルを着色剤粉末の分散の手段として用いるようになってきた。一般的な媒体ミルとは、固体分散媒体としてビーズを用い、着色剤粉末と溶媒を予備混合した後、ビーズが充填され攪拌ディスクが回転するタンク内を通過するとその際に着色剤粉末が攪拌ディスクのせん断力とビーズによる衝撃力により粉碎・分散される、という構成のものである。化粧品の分野では、媒体ミルは複合粉体の製造方法（特開平9-143030）、及び表面処理粉体の製造方法（特開平7-108156）のような所に応用されているが、どれも連続式のサンドミルと呼ばれる媒体ミルを使用し、また2種以下の着色剤粉末しか用いていない。これをそのまま口紅の製造へ応用すると、分散装置の外に予備混合装置が別個に必要である、同一の強い機械力にて分散するため様々なタイプの着色剤粉末が配合される口紅製造には不適である、分散装置以外にも予備攪拌装置や循環パイプなどを使用するため洗浄が容易にできない、などの問題があった。

本発明は前記従来技術の課題に鑑み為されたものである。本発明の第1の要旨

は、化粧料の使用性を改善し、配合される粉末の機能を十分に發揮しうる化粧料の製造方法を提供することにある。

また、本発明の第2の要旨は、固体粉末化粧料において、実用特性や耐衝撃性等において優れた化粧料の製造方法を提供することにある。

また、本発明の第3の要旨は、粉末化粧料において、感触や化粧持続効果、経済性に優れ、水使用可能な化粧料の製造方法を提供することである。

また、本発明の第4の要旨は、油性化粧料および乳化化粧料において、短時間、容易な操作性、低コストで、さらには配合される粉末の機能を充分に發揮しうる化粧料の製造方法を提供することである。

また、本発明の第5の要旨は、化粧料の安定性を向上させ得る疎水化粉体分散体を用いた化粧料の製造方法を提供することにある。

また、本発明の第6の要旨は、疎水化処理を含む乳化化粧料の製造において、安定性及び粉体の分散性の高い化粧料の製造方法を提供することにある。

また、本発明の第7の要旨は、口紅において、短時間で、容易な操作性で低コストな製造方法、さらには口紅の発色、のび、つやに優れた口紅を得る化粧料の製造方法、固体口紅においては折れにくい口紅を得る化粧料の製造方法を提供することにある。

[発明の開示]

本発明者らは、前記目的を達成するために鋭意検討を重ねた結果、粉末を配合した各種化粧料の製造に媒体ミルを応用することにより、粉末の機能の改善が得られ、製造された化粧料の諸性質が向上することを見出した。また、媒体ミルを利用することにより、微粒子粉末や疎水化粉末においても優れた分散力が得られることを見出した。また、本発明者らは、媒体ミルを用いて、粉末の疎水化処理工程を含む化粧料の効率的な製造が可能であることも見出した。以下、各化粧料別に詳細に説明する。

従来の固形粉末化粧料の製造技術においては、いずれも粉末成分と結合剤としての油性成分や界面活性剤等の混合を攪拌混合機を用いて行っている。本発明者らは、これら攪拌混合機による混合では、その分散・粉碎力や攪拌・混合力等が弱く、粉末の凝集粒子に油性成分を不均一に付着させているに過ぎず、このことが実用特性や耐衝撃性の飛躍的な向上を阻む一因となっているのではないかと考え、上記混合工程において粉末成分に油性成分を均一にさせることにより、実用特性、耐衝撃性の飛躍的な向上を図ることができるという知見を得た。

また、本発明者らは、従来、その被膜形成能から、化粧持ち向上や二次付着の防止を目的としてリキッドファンデーションに代表される液状化粧料中に主に配合されてきた有機ケイ素系樹脂化合物と粉末成分を有機ケイ素系樹脂化合物が溶解する溶媒中で媒体ミルにより、分散混合したところ、粉体表面に有機ケイ素系樹脂化合物が吸着し、粉体表面の疎水化が可能であることを思いがけず見出した。

そこで、本発明者らは、媒体ミルを用いた粉末成分を結合剤としての油性成分を溶媒中で混合してスラリーとする工程を少なくとも含む粉末化粧料の製造方法において、上記の有機ケイ素系樹脂化合物を用いた粉体表面疎水化工程を導入することで得られた粉末化粧料は、粉末表面をあらかじめ疎水化処理した粉体を用いた従来の両用の粉末化粧料と比較して、同じように汗や皮脂に対する化粧持ちに優れや水使用可能であるばかりでなく、ツルツルした独特の感触が得られ、しかも経済的なメリットもあることが見出されることを見出し、本発明を完成するに至った。

油性化粧料及び乳化化粧料

本発明者らは、事前処理工程を経ず、1つのタンク内において、タンク内攪拌装置を併設した1つの媒体ミルで微粒子の粉末を含む化粧料を製造する方法を見出した。そしてこの方法によれば、タンク内攪拌装置で攪拌され、さらに固形分散媒体を用いて微粒子粉末を含む粉末を分散するため、ロールミル、アトマイザー、ディスパー、ホモジナイザーなどの従来の分散装置に比べ粉末が微分散される。このため、油性化粧料においては、なめらかで粉っぽくなく透明感ある紫外

線防御効果の高いファンデーションといった微粒子粉末を含む粉末の機能を十分発揮した化粧料を提供することができるを見出した。また、乳化化粧料においては、紫外線防御効果が高く、なめらかな質感といった微粒子粉末を含む粉末の機能を十分に発揮した乳化化粧料を提供することができ、固形分散媒体により乳化工程を行なっているため、乳化安定性にも優れ乳化粒子も細かく、特徴的な使用感としてなめらかでありながらクリーミーな質感を示すものとすることができる見出した。

また、本発明者らは、油相部に未疎水化粉末及び粉体被覆剤を分散し粉体を疎水化した後、これに続き乳化剤と水相部を添加し乳化する工程を一つの装置内で一貫して行なうことが、媒体攪拌ミルにより可能であり、これにより安定性が高く、粉体の分散性が高い乳化化粧料が得られることを見出した。

さらに、本発明者らは、有機変性粘土鉱物と、未疎水化粉末と、その被覆剤とを含む系に対し媒体ミルを用いることにより、きわめて安定性の高い疎水化粉体分散体が得られることを見出した。そして、本発明者らは、この分散体を用いることにより容易に疎水化粉体を含む化粧料の製造が可能であると見出した。

口紅

本発明者らは、事前処理工程を経ず、1つのタンク内において、タンク内攪拌装置を併設した媒体ミル1つの装置で口紅を製造する方法を見出した。そしてこの方法を用いれば、タンク内攪拌装置で攪拌し、固形分散媒体を用いて着色剤粉末を分散するため、ロールミル、パルペライザー、ディスパー、ホモジナイザーなどの従来の分散装置に比べ着色剤粉末が微分散されるため、発色、のび、つやに優れた口紅を提供できる。さらに固形口紅においてはおれにくい口紅を提供することができることを見出し、本発明を完成させるに至った。

以上の知見を得て、本発明者らは本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明の化粧料の製造方法は、媒体ミルを用いて、粉末成分と、油性成分又は水性成分を分散することを特徴とする。

また、本発明のもう一つの化粧料の製造方法は、固体粉末化粧料を製造する際、粉末成分と結合剤としての油性成分を溶媒中で混合してスラリーとする工程を少なくとも含み、かつ上記混合を媒体ミルを用いて行い、粉末成分の凝集粒子を碎いて一次粒子に近い状態でスラリーとすることを特徴とする。

上記化粧料の製造方法においては、スラリーから溶媒を除去し、容器内に充填する工程をさらに含むことが好適である。

上記化粧料の製造方法においては、スラリーから溶媒を除去し、容器内に充填した後、乾式プレス成形をする工程をさらに含むことが好適である。

上記化粧料の製造方法においては、スラリーを容器内に充填後、吸引プレス成形する工程をさらに含むことが好適である。

上記化粧料の製造方法においては、固体粉末化粧料が、粉末成分を65～97重量%、油性成分を3～35重量%含有することが好適である。

また、本発明のもう一つの化粧料の製造方法は、粉末化粧料を製造する際、媒体ミルを用いて粉末成分と結合剤としての油相成分を溶媒中で混合してスラリーとする工程を少なくとも含み、粉末成分分散時に有機ケイ素樹脂化合物を配合することを特徴とする。

上記化粧料の製造方法においては、粉末化粧料が、粉末成分60～97重量%、粉体被覆剤1～20重量%、油性成分2～30重量%含有し、かつ粉末成分が疎水化され得ることが好適である。

また、本発明のもう一つの化粧料の製造方法は、バッチ式媒体ミルを用いて、粉末成分と、油性成分又は水性成分を固体分散媒体により分散することを特徴とする。

上記方法においては、粉末成分が平均粒子径0.005～0.5μmの微粒子を含むことが好適である。

上記方法においては、固体分散媒体が、ガラス、アルミナ、ジルコニア、スチー

ル、フリント石の群から選ばれるビーズであることが好適である。

上記方法においては、バッチ式媒体ミルが、1つ以上の固体分散媒体が収容されバスケット内部を攪拌するバスケット内攪拌装置をもつバスケット部と、1つ以上の予備混合用と分散液流動用とを兼ね備えたタンク内攪拌装置とを別々に同一タンク内に併設し、

タンク内攪拌装置で予備混合された粉末成分と油性成分または水性成分の混合液がバスケット部に流入し、バスケット部内の固体分散媒体により粉末成分が分散され、バスケット部外へ分散液として流出し、タンク内攪拌装置により分散液が流動し、再びバスケット部へ一部が流入し循環するように構成され、

かつバスケット部を出入りする流体の経路を妨げない位置にタンク内攪拌装置が配置されていることが好適である。

上記方法においては、前記バスケット部が側壁または側壁および底壁に固体分散媒体がバスケット部の外側へ流出しない大きさのスリットからなる小孔を多数持つことが好適である。

上記方法において、前記予備混合と分散液流動用とを兼ね備えたタンク内攪拌装置が、回転する棒の先端にタービン型の回転翼を取り付けたディスパー又はホモジナイザー、又はそれらを併用することが好適である。

本発明のもう一つの化粧料の製造方法は、油性化粧料を得る際、バッチ式の媒体ミルを用いて粉末成分を油性成分に分散することを特徴とする。

上記方法において、固体油性化粧料を製造する際は、バッチ式の媒体ミルを用いて粉末成分を油性成分に分散し、その後固体剤などを添加し、加熱攪拌した後充填成型をすることが好適である。

また、本発明のもう一つの化粧料の製造方法は、乳化化粧料を製造する際、バッチ式の媒体ミルを用いて粉末成分と油性成分または水性成分を固体分散媒体により分散し、その後、水性成分または油性成分を加え媒体ミルにより乳化することを特徴とする。

また、本発明のもう一つの化粧料の製造方法は、有機変性粘土鉱物と、界面活性剤と、前記有機変性粘土鉱物を界面活性剤の存在下に分散・膨潤し得る疎水性分散媒と、未疎水化粉体と、粉体被覆剤とを混合し、媒体ミルを用いて、前記粉体を一次粒子または一次粒子に近い状態まで分散させ、かつ前記粉体表面を疎水化処理する工程を含むことを特徴とする。

また、本発明のもう一つの化粧料の製造方法は、有機変性粘土鉱物、界面活性剤及び疎水性分散媒とを混合して有機変性粘土鉱物分散物を形成し、

前記有機変性粘土鉱物分散物に、未疎水化粉体と、粉体被覆剤とを添加して、媒体ミルにより混合し、前記粉体表面を疎水化処理する工程を含むことを特徴とする。

上記方法においては、媒体ミルで混合する際の有機変性粘土鉱物濃度は、0.1～5重量%であることが好適である。

上記方法においては、媒体ミルで混合する際の未疎水化粉体濃度は、5～50重量%であることが好適である。

上記方法においては、未疎水化粉体は紫外線防御粉体であることが好適である。

上記方法においては、紫外線防御粉体が酸化亜鉛、酸化鉄、酸化セリウム、チタン酸塩の群から選ばれる1種または2種以上であることが好適である。

上記方法においては、粉体被覆剤はトリメチルシロキシケイ酸であることが好適である。

また、もう一つの化粧料の製造方法においては、乳化化粧料を製造する際、媒体ミルにより油相部に未疎水化粉体と粉体被覆剤を分散し疎水化する粉末疎水化工程と、これに続き乳化剤と水相部を添加し乳化する乳化工程を1つの装置で一貫して行うことを特徴とする。

上記方法においては、装置が1つのタンク内に媒体ミル部と攪拌装置をもつバッヂ式の媒体攪拌ミルであることが好適である。

上記方法においては、装置が媒体ミル部および予備攪拌槽とからなり、媒体ミル部と予備攪拌槽が配管で連結された連続式の媒体攪拌ミルであることが好適である。

上記方法においては、乳化する工程を媒体ミル部により行うことが好適である。

上記方法においては、油中水型乳化化粧料の製造に適用されることが好適である。

また、本発明のもう一つの化粧料の製造方法は、口紅を製造する際、バッチ式媒体ミルを用いて着色剤の粉末成分と油性成分を固形分散媒体により分散することを特徴とする。

上記方法において、固形の口紅を製造する際、バッチ式の媒体ミルを用いて着色剤の粉末成分と油性成分を固形分散媒体により分散し、その後固形剤を添加し加熱攪拌した後充填成型をすることが好適である。

[図面の簡単な説明]

図1は、本発明の化粧料の製造方法に好適に用いられるバッチ式媒体ミルの一例である。

図2は、本発明の化粧料の製造方法に好適に用いられる連続式媒体ミルの一例である。

[発明を実施するための最良の形態]

本発明は、媒体ミルを用いることにより様々な化粧料に含まれる粉末の機能の改善する製造方法に関するものである。

本発明における媒体ミルは、容器内にビーズのような固形分散媒体を充填し、さらに容器内を攪拌する攪拌装置をもっている。したがって、粉体を含む化粧料用原料を投入し、容器内を攪拌すると、粉体と共に固形分散媒体も攪拌される。そして攪拌された固形分散媒体により、粉末成分の凝集粒子をさらに粉碎・分散することができる。媒体ミルには、連続式媒体ミルとバッチ式媒体ミルがある。

以下、各化粧料ごとに製造方法を説明する。

＜粉末化粧料＞

以下、本発明の化粧料の製造方法の粉末化粧料への応用について詳述する。

(固体粉末化粧料)

本発明の固体粉末化粧料の製造方法は、粉末成分と結合剤としての油性成分を溶媒中で混合してスラリーとするのに際して、溶媒中の混合を媒体ミルを用いて行い、粉末成分の凝集粒子を碎いて一次粒子に近い状態で油性成分とのスラリーとする点に特徴がある。

粉末成分

粉末成分としては、一般に化粧料に用いられ得るものであれば特に限定されるものではない。具体的には、二酸化チタン、酸化亜鉛、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、群青、酸化セリウム、タルク、マイカ、セリサイト、カオリン、シリカ、ステアリン酸亜鉛、含フッ素金雲母、合成タルク、硫酸バリウム、チッ化ホウ素、オキシ塩化ビスマス、アルミナ、炭酸マグネシウム、シリコーン粉末、シリコーン弹性粉末、ポリウレタン粉末、セルロース粉末、ナイロン粉末、PMMA粉末、スターチ、ポリエチレン粉末等が例示されるが例示されるが、これら例示に限定されるものではない。粉末は表面未処理のものを用いてもよく、あるいはシリコーンやフッ素、テトロン、脂肪酸、脂肪酸石鹼ラウロイルリジン等により表面処理を施したものを用いてもよい。粉末は1種または2種以上を用いることができる。

なお、本発明の固体粉末化粧料の製造方法において、粉末の配合量は好ましくは65～97重量%であり、より好ましくは80～93重量%である。

油性成分

結合剤の油性成分としては、例えばアボカド油、ツバキ油、タートル油、マカデミアナッツ油、トウモロコシ油、ミンク油、オリーブ油、ナタネ油、卵黄油、

ゴマ油、パーシック油、小麦胚芽油、サザンカ油、ヒマシ油、アマニ油、サフラン油、綿実油、エノ油、大豆油、落花生油、茶実油、カヤ油、コメヌカ油、シナギリ油、日本キリ油、ホホバ油、胚芽油等の天然植物油；トリグリセリン、トリオクタン酸グリセリン、トリイソパルミチン酸グリセリン等の液体油脂；カカラ脂、ヤシ油、馬脂、硬化ヤシ油、パーム油、牛脂、羊脂、硬化牛脂、パーム核油、豚脂、牛骨脂、モクロウ核脂、硬化油、牛脚脂、モクロウ、硬化ヒマシ脂等の動植物性液状油脂、ミツロウ、キャンデリラロウ、綿ロウ、カルナウバロウ、ペイベリーロウ、イボタロウ、鯨ロウ、モンタンロウ、ヌカロウ、ラノリン、カポックロウ、酢酸ラノリン、液状ラノリン、サトウキビロウ、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、還元ラノリン、ホホバロウ、硬質ラノリン、セラックロウ、POEラノリンアルコールエーテル、POEラノリンアルコールアセテート、POEコレステロールエーテル、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、POE水素添加ラノリンアルコールエーテル等のロウ類；流動パラフィン、オゾケライト、スクワレン、プリスタン、パラフィン、セレシン、スクワレン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス等の炭化水素油；ミリスチン酸イソプロピル、オクタン酸セチル、ミリスチン酸オクチルドデシル、パルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸ブチル、ラウリン酸ヘキシル、ミリスチン酸ミリスチル、オレイン酸デシル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、酢酸ラノリン、ステアリン酸イソセチル、イソステアリン酸イソセチル、12-ヒドロキシステアリル酸コレステリル、ジ-2-エチルヘキシル酸エチレングリコール、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、リノゴ酸ジイソステアリル、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセリン、トリ-2-エチルヘキシル酸トリメチロールプロパン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキシル酸ペンタエリスリトール、トリ-2-エチルヘキシル酸グリセリン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、セチル2-エチルヘキサノーエート、2-エチルヘキシルパルミテート、トリミリスチン酸グリセリン、トリ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセライド、ヒマシ

油脂肪酸メチルエステル、オレイン酸オイル、セトステアリルアルコール、アセトグリセライド、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、アジピン酸ジイソブチル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、エチルラウレート、セバチン酸ジ-2-エチルヘキシル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシル、アジピン酸2-ヘキシルデシル、セバチン酸ジイソプロピル、コハク酸2-エチルヘキシル、酢酸エチル、酢酸ブチル、酢酸アミル、クエン酸トリエチル等の合成エステル油；ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジエンポリシロキサン、デカメチルポリシロキサン、ドデカメチルポリシロキサン、テトラメチルテトラハイドロジエンポリシロキサン等のシリコーン油等の他、フッ素樹脂、アクリル樹脂等が挙げられる。油性成分は1種または2種以上を用いることができる。

なお、本発明において、油性成分の配合量は3～35重量%が好ましく、7～20重量%がより好ましい。油性成分の配合量が3重量%未満では肌への付着性やしっとり感等の実用特性および耐衝撃性の点で十分に満足できるものを得るのが難しい。一方、35重量%超では肌への伸展性や化粧持ちの点で十分に満足できるものを得るのが難しい。

溶媒

溶媒としては、他に制限はなく、水やメタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等のアルコール類、ベンゼン、トルエン、THF、パラフィン、シリコーン等の各種溶媒を、用いる粉末成分の特性や油性成分の特性に応じて、1種または2種以上を混合して、適宜使い分けて用いることができる。例えば、溶媒に油性成分の一部が溶解することを利用して、粉末表面に選択的に付着被覆することも可能である。

媒体ミル

本発明で用いる媒体ミルとしては、ダイノーミル、サンドグラインダーミル、

リングミル、パールミル、ボールミルなどが好適なものとして例示されるが、分散機として粉末成分の凝集を解いて一次粒子に近い状態まで分散させ、油性成分を粉体表面に均一に付着させ得るものであれば特に制限なく使用することができる。中でもサンドグラインダーミルが特に好ましく用いられる。

上記媒体ミルに用いるビーズとしては、ガラス、アルミナ、ジルコニア、スチール、フリント石等を原料としたビーズが使用できるが、特にジルコニア製のものが好ましい。また、ビーズの大きさとしては、従来インク業界において直径0.3～2 mmのものが使用されている。しかしながら、本発明では1～10 mm程度が好ましく、3～5 mm前後のビーズがより好ましい。ビーズの直径が小さすぎると、マイカ、タルクなどの体質顔料が粉碎されすぎることがある。その結果、成型した際、固体粉末化粧料の硬度が高くなり、取れが悪くなり、ケーキングを起こしやすい傾向があり好ましくない。また、ビーズの直径が小さすぎると、シリコーン弾性粉末（例えば、商品名：トレフィルE-506C、東レ・ダウコーニング社製）のような高分子粉末は、高い分散力を得られないことがある。また、成型時に表面にクラックが入りやすくなる。またビーズの直径が大きすぎると粉末成分が十分に粉碎されないことがあり、好ましくない。上記直径範囲のビーズを用いることにより、体質顔料及びシリコーン弾性粉末のような高分子粉末を含むすべての粉末成分を一括して分散しても適度の分散力を得ることができる。

媒体での分散混合は、通常15～60分間程度行われる。

固体粉末化粧料の製造方法

本発明では、すべての粉体成分と油性成分との混合を上述のように媒体ミルで行って、粉末成分の凝集粒子を碎いて一次粒子に近い状態でスラリーとする。これにより、一次粒子に近い状態の粉末に油性成分を均一に付着させることができるので、肌への伸展性、付着性、しっとり感、化粧持ち等の実用特性および耐衝撃性において、十分満足のいく固体粉末化粧料を得ることが可能となった。

なお、スラリーは、粘度500～10000mPa·s程度に調製するのが好ましく、特に1

000～8000mPa・s程度が好ましい。

上述のようにして粉体成分と油性成分を混合してスラリーとした後、該スラリーから溶媒を蒸留、揮発等の常法により除去した後、金属や樹脂製の中皿などの容器内に充填して固形粉末化粧料を得ることができる。

あるいは、上記スラリーから溶媒を除去し、金属や樹脂製の中皿などの容器内に充填した後、乾式プレス成形を行ってもよい。乾式プレス形成は常法により行うことができる。また、スラリーから溶媒を除去した後、粉碎工程をさらに設けてもよい。

あるいは、上記スラリーを金属や樹脂製の中皿などの容器内に充填した後、吸引プレス成形を行ってもよい。吸引プレス成形は常法により行うことができる。

その他の成分

本発明の固形粉末化粧料には、さらに、界面活性剤、分散剤、安定化剤、着色剤、防腐剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、香料等も本発明の目的を達する範囲内で適宜、配合することができる。

特に界面活性剤は、分散剤として好ましく用いられる。界面活性剤としては分散効果の高い常温液状のものが好ましい。好ましい界面活性剤としては、例えば、ソルビタンセスキイソステアレート、ソルビタンモノイソステアレート等が挙げられる。

用途

本発明の固形粉末化粧料の製造方法は、例えばファンデーション、アイシャドウ、チークカラー、ボディーパウダー、パヒュームパウダー、ベビーパウダー、フェイスパウダー等に適用される。

以下、本発明の固形粉末化粧料の製造方法を実施例に基づいてさらに詳細に説明する。

実用特性評価

20名の女性パネラーに試料を塗布し、しっとりさ及びなめらかさ、粉っぽさ、化粧もち、均一な仕上りについて評価した。

(評価)

17名以上が良いと回答	A
12名～16名が良いと回答	B
9名～11名が良いと回答	C
5名～8名が良いと回答	D
4名以下が良いと回答	E

耐衝撃性評価

樹脂製中皿内に試料をプレス成型し、化粧品用のコンパクト容器にセットしサンプルとした。厚さ20mmの鉄板上に高さ30cmからサンプルを水平状態にて落下し、破損するまでの落下回数を耐衝撃性の評価とした。

実施例1、比較例1 ファンデーション

実施例1では、下記表1に示す処方中の粉末成分と油性成分とをイソプロピルアルコール中にディスパーにて簡単に混合し、スラリー粘度を1500mPa・s程度に調整した後、直径5mmのジルコニアビーズを内蔵したサンドグラインダーミルを用いて分散・混合した。イソプロピルアルコールを蒸留した後、パルペライザーで1回粉碎し、容器（樹脂製中皿）内に充填し、公知の方法で乾式プレス成型した。

一方、比較例1では通常の製造方法で製造した。すなわち、実施例1と同一処方中の粉末成分に油性成分を添加し、ヘンシェルミキサーにて混合し、パルペライザーで2回粉碎した後、容器（樹脂製中皿）内に充填し、公知の方法で乾式プレス成型した。

これら実施例1、比較例1の各方法により製造したファンデーションを用いて上述の実用特性、耐衝撃性の評価を行った。結果を表1に示す。

[表1]

実施例 1 比較例 1

セリサイト	1 7	1 7
合成マイカ	1 0	1 0
タルク	to 1 0 0	to 1 0 0
二酸化チタン	1 2	1 2
ベンガラ	0. 8	0. 8
黄酸化鉄	2	2
黒酸化鉄	0. 1	0. 1
シリコーン弹性粉末 (*)	6	6
球状ポリエチレン	4	4
ジメチルポリシロキサン	3	3
流動パラフィン	5	5
ワセリン	5	5
ソルビタンセスキイソステアレート	1	1
パラベン	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量

しっとりさ	A	C
なめらかさ	A	B
粉っぽさ	A	C
化粧持ち	B	C
均一な仕上がり	A	B
耐衝撃性	10回	4回

*商品名：トレフィルE-506C (東レ・ダウコーニング・シリコーン社製)

実施例 2、比較例 2 ファンデーション

実施例 2 では、下記表 2 に示す処方中の粉末成分と油性成分とをイソプロピルアルコール中にディスパーにて簡単に混合し、スラリー粘度を 150 mPa・s 程度に調整した後、1.0 mm のジルコニアビーズを内蔵したサンドグラインダーミルを用いて分散・混合した。イソプロピルアルコールを揮発させながらスラリー粘度を調整し、容器（樹脂製中皿）内に充填した後、公知の方法で乾式プレス成型した。

一方、比較例 2 では通常の製造方法で製造した。すなわち、実施例 2 と同一処方中の粉末成分に油性成分を添加し、ナウターミキサーにて混合し、パルペライザーで 2 回粉碎した後、容器（樹脂製中皿）内に充填し、公知の方法で吸引プレス成型した。

これら実施例 2、比較例 2 の各方法により製造したファンデーションを用いて上述の実用特性、耐衝撃性の評価を行った。結果を表 2 に示す。

[表 2]

	実施例 2	比較例 2
シリコーン処理セリサイト	1.8	1.8
シリコーン処理マイカ	to 100	to 100
シリコーン処理タルク	1.5	1.5
シリコーン処理二酸化チタン	1.0	1.0
ステアリン酸アルミ処理微粒子二酸化チタン	6	6
シリコーン処理ベンガラ	1.2	1.2
シリコーン処理黄酸化鉄	2.5	2.5
シリコーン処理黒酸化鉄	0.9	0.9
ポリウレタン粉末	6	6
パラベン	適量	適量

ジメチルポリシロキサン	4	4
メチルフェニルポリシロキサン	3	3
オクチルメトキシシンナメート	3	3
ポリエーテルシリコーン	2	2
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量
しっとりさ	B	C
なめらかさ	A	B
粉っぽさ	B	D
化粧持ち	A	B
均一な仕上がり	A	B
耐衝撃性	7回	4回

実施例3、比較例3 白粉

実施例3では、下記表3に示す処方中の粉末成分と油性成分とをエチルアルコール中にディスパーにて簡単に混合し、スラリー粘度を1500mPa・s程度に調整した後、1.5mmのジルコニアビーズを内蔵したサンドグラインダーミルを用いて分散・混合した。エチルアルコールを揮発させながらスラリー粘度を調整し、容器（樹脂製中皿）内に充填した後、公知の方法で吸引プレス成型した。

一方、比較例3では通常の製造方法で製造した。すなわち、実施例3と同一処方中の粉末成分に油性成分を添加し、ヘンシェルミキサーにて混合し、パルペライザーで2回粉碎した後、容器（樹脂製中皿）内に充填し、公知の方法で乾式プレス成型した。

これら実施例3、比較例3の各方法により製造した白粉を用いて上述の実用特性、耐衝撃性の評価を行った。結果を表3に示す。

[表3]

実施例 3 比較例 3

	実施例 3	比較例 3
タルク	to 100	to 100
マイカ	2.5	2.5
酸化亜鉛	5	5
微粒子二酸化チタン	3	3
球状シリコーン粉末	8	8
ワセリン	1	1
スクワラン	3	3
エステル油	1	1
パラベン	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量
しっとりさ	C	E
なめらかさ	A	B
粉っぽさ	B	C
化粧持ち	B	C
均一な仕上がり	A	B
耐衝撃性	8回	5回

実施例 4、比較例 4 フェイスパウダー

実施例 4 では、下記表 4 に示す処方中の粉末成分と油性成分とをトルエン中にディスパーにて簡単に混合し、スラリー粘度を 1500 mPa · s 程度に調整した後、3.0 mm のジルコニアビーズを内蔵したサンドグラインダーミルを用いて分散・混合した。トルエンを揮発させ、パルペライザーで 2 回粉碎した後、容

器（樹脂製中皿）内にパウダー状で充填した。

一方、比較例4では通常の製造方法で製造した。すなわち、実施例4と同一処方中の粉末成分に油性成分を添加し、ヘンシェルミキサーにて混合し、パルペライザーで2回粉碎した後、容器（樹脂製中皿）内にパウダー状で充填した。

これら実施例4、比較例4の各方法により製造したをフェイスパウダーを用いて上述の実用特性、耐衝撃性の評価を行った。結果を表4に示す。

[表4]

	実施例4	比較例4
タルク	to 100	to 100
合成マイカ	3 0	3 0
薄片状酸化亜鉛	6	6
ベンガラ	0. 2	0. 2
黄酸化鉄	0. 7	0. 7
微粒子二酸化チタン	1	1
シリコーン弹性粉末(*)	1 0	1 0
ジメチルポリシロキサン	7	7
パラベン	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量
しっとりさ	B	D
なめらかさ	A	B
粉っぽさ	B	C
化粧持ち	A	B
均一な仕上がり	A	D
耐衝撃性	7回	2回

*商品名：トレフィルE-506C（東レ・ダウコーニング・シリコーン社製）

実施例5、比較例5 パウダリーファンデーション

実施例5では、下記表5に示す処方中の粉末成分と油性成分とをトルエン中にディスパーにて簡単に混合し、スラリー粘度を1500mPa·s程度に調整した後、5.0mmのジルコニアビーズを内蔵したサンドグラインダーミルを用いて分散・混合した。トルエンを揮発させ、パルペライザーで2回粉碎した後、容器（樹脂製中皿）内に充填し、公知の方法で吸引プレス成型した。

一方、比較例5では通常の製造方法で製造した。すなわち、実施例5と同一処方中の粉末成分に油性成分を添加し、ヘンシェルミキサーにて混合し、パルペライザーで2回粉碎した後、容器（樹脂製中皿）内に充填し、公知の方法で乾式プレス成型した。

これら実施例5、比較例5の各方法により製造したファンデーションを用いて上述の実用特性、耐衝撃性の評価を行った。結果を表5に示す。

[表5]

	実施例5	比較例5
セリサイト	17	17
マイカ	to 100	to 100
タルク	10	10
二酸化チタン	12	12
ベンガラ	0.8	0.8
黄酸化鉄	2	2
黒酸化鉄	0.1	0.1
シリコーン弹性粉末(*)	10	10
球状ポリエチレン	4	4

ジメチルポリシロキサン	3	3
流動パラフィン	5	5
ワセリン	5	5
ソルビタンセスキイソステアレート	1	1
パラベン	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量

しっとりさ	A	C
なめらかさ	A	B
粉っぽさ	A	C
化粧持ち	B	B
均一な仕上がり	A	B
耐衝撃性	8回	2回

*商品名：トレフィルE-506C（東レ・ダウコーニング・シリコーン社製）

以上の結果より、 固形粉末化粧料の製造に媒体ミルを用いることにより、 使用感触や仕上がり及び耐衝撃性に優れた 固形粉末化粧料を得ることができることがわかる。

(疎水化処理工程を含む粉末化粧料の製造方法)

つぎに本発明者らは、 粉末成分の疎水化処理工程を含む粉末化粧料の製造方法について、 検討した。

以下、 本発明の疎水化処理工程を含む粉末化粧料の製造方法について説明する。

本発明は、 媒体ミルを用いて粉末成分と結合剤としての油相成分を溶媒中で混合してスラリーとする工程を少なくとも含む粉末化粧料の製造工程において、 粉末成分分散時に有機ケイ素樹脂化合物を配合する点に特徴がある。

粉末成分

用いる粉末成分としては、一般に化粧料に用いられ得るものであれば特に限定されるものではない。具体的な化粧料粉体の例としては、タルク、カオリン、雲母、絹雲母（セリサイト）、白雲母、金雲母、合成雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、バーミキュライト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸ストロンチウム、タンクステン酸金属塩、マグネシウム、シリカ、ゼオライト、硫酸バリウム、焼成硫酸カルシウム（焼セッコウ）、リン酸カルシウム、フッ素アバタイト、ヒドロキシアバタイト、セラミックパウダー、金属石鹼（ミリスチン酸亜鉛、パルミチン酸カルシウム、ステアリン酸アルミニウムなど）、窒化ホウ素等の無機粉末；PMMA、シリコーン樹脂パウダー、シリコーンゴムパウダー、ナイロンパウダー、シリクパウダー、ウールパウダー、ウレタンパウダー等の有機粉末；二酸化チタン、酸化亜鉛等の無機白色系顔料；酸化鉄（ベンガラ）、チタン酸鉄等の無機赤色系顔料； γ -酸化鉄等の無機褐色系顔料；黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料；黒酸化鉄、カーボンブラック、低次酸化チタン等の無機黒色系顔料；マンゴバイオレット、バルトバイオレット等の無機紫色系顔料；酸化クロム、水酸化クロム、チタン酸コバルト等の無機緑色系顔料；群青、紺青等の無機青色系顔料；酸化チタンコーテッドマイカ、酸化チタンコーテッドオキシ塩化ビスマス、酸化チタンコーテッドタルク、着色酸化チタンコーテッドマイカ、オキシ塩化ビスマス、魚鱗箔等の無機パール顔料；アルミニウムパウダー、カッパーパウダー等の金属粉末顔料；赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色228号、赤色405号、橙色203号、橙色204号、黄色205号、黄色401号、青色404号等の有機顔料；赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色227号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、緑色3号、青色1号等のジルコニウムレーキ、バリウムレーキ、アルミニウムレーキ等の有機レーキ顔料；クロロフィル、 β -カロチン等の

天然色素等が挙げられる。また、本発明は、工程中で疎水化処理が可能であるが、本発明の効果を損なわない範囲で必要に応じて表面撥水処理した粉体を用いてもよい。表面撥水処理の例としては、シリコーン、高級脂肪酸、高級アルコール、脂肪酸エステル、金属石鹼、アミノ酸、アルキルfosfate、カチオン界面活性剤、パーフルオロアルキルリン酸、デキストリン脂肪酸エステル等による処理が挙げられる。

なお、本発明の粉末化粧料の製造方法においては、粉末成分の配合量は、60～97重量%が好ましく、65～90重量%がより好ましい。

有機ケイ素系樹脂化合物

本発明で用いられる有機ケイ素系樹脂化合物の例としては、トリメチルシロキシケイ酸、フッ素変性シリコーン樹脂、アクリルシリコーン共重合体などが挙げられるが、その中でもトリメチルシロキシケイ酸が望ましい。

なお、本発明において有機ケイ素系樹脂化合物の配合量は、好ましくは、1～20重量%であり、より好ましくは、5～15重量%であり、さらに好ましくは3～10重量%である。有機ケイ素系樹脂化合物の配合量が1重量%以下では、十分な粉末の表面疎水化が実現できず、化粧持ち、水使用およびツルツルした使用性の点で満足するものが得られなかった。また、有機ケイ素系樹脂化合物の配合量が30重量%を超えてさらに疎水性が向上されるものではなく不経済であり、使用感がべたつく場合もある。

油性成分

本発明に用いられる油性成分としては、一般に化粧料に用いられ得るものであれば特に限定されるものではない。具体的には、ジメチルポリシロキサン、環状ジメチルポリシロキサンの他、メチルフェニルポリシロキサン等のシリコーン油、スクワラン、流動パラフィン、軽質イソパラフィン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス、オゾケライト、セレシン等の各種炭化水素油、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、イソステアリン酸、ベヘン酸等の高

級脂肪酸、セチルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール、バチルアルコール等の高級アルコール、セチル-2-エチルヘキサノエート、2-エチルヘキシルパルミテート、2-オクチルドデシルミリステート、ネオペンチルグリコール-2-エチルヘキサノエート、トリオクタン酸グリセリド、2-オクチルドデシルオレート、イソプロピルミリステート、ミリスチルミリステート、トリイソステアリン酸グリセリド、トリオレイン酸グリセリド、トリヤシ油脂肪酸グリセリド等のエステル類、オリーブ油、アボガド油、ホホバ油、ヒマワリ油、サフラワー油、椿油、シア脂、マカデミアナッツ油、ミンク油、ラノリン、酢酸ラノリン、液状ラノリン、ヒマシ油等の油脂、モクロウ等のロウ類、パーカルオロポリエーテル、パーカルオロカーボン等のフッ素系油分などが挙げられる。油性成分は、1種または2種以上を用いることができる。

なお、本発明において油性成分の配合量は3～30重量%が好ましく、7～20重量%がより好ましい。

その他の成分

本発明において、界面活性剤、分散剤、安定化剤、着色剤、防腐剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、香料等も本発明の目的を達する範囲内で適宜配合することができる。

溶媒

本発明で用いる溶媒としては、用いる有機ケイ素系樹脂化合物が溶解するものであれば特に制限はないが、具体的にはメタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等のアルコール類、ベンゼン、トルエン、シリコーン油等が挙げられるが、実使用を考えるとエタノール、イソプロピルアルコールが好ましい。

媒体ミル

本発明で用いる媒体ミルとしては、サンドグラインダーミル、リングミル、パールミル、ボールミルなどの媒体攪拌ミルなどが例示されるが、分散機としては

粉末成分の凝集を解いて、一次粒子に近い状態まで分散させ、油性成分を粉体表面に均一に付着させ得るものであればとくに制限なく使用することができる。中でも、分散力が比較的強いサンドグラインダーミルなどの媒体攪拌ミルが特に好ましく用いられる。

用途

本発明の粉末化粧料の製造方法は、例えば、ファンデーション、アイシャドウ、チークカラー、ボディーパウダー、パヒュームパウダー、ベビーパウダー、フェースパウダー等に適用される。

以下、具体例を挙げて本発明を説明する。この実施例により、本発明の技術的範囲は限定されない。なお、配合量は特に指定のない限り、重量%で示す。

実用特性評価

20名の女性パネラーに試料を塗布し、化粧持ち、つるつる感について評価した。

[評価]

- A : 17名以上が良いと回答
- B : 12名～16名が良いと回答
- C : 9名～11名が良いと回答
- D : 5名～8名が良いと回答
- E : 4名以下が良いと回答

疎水性試験

製品製造工程中の粉末成分と有機性ケイ素系樹脂化合物を溶媒中にて分散・混合した後、得られたスラリーの一部を取り出し、ろ過・エタノール洗浄・乾燥を行った。得られた粉体を、ビーカー中の水に表面に乗せ、攪拌して粉末が水中に分散するか否かにより疎水性を判断した。

水使用試験

水使用が可能であるかどうかについては、適量の水を吸わせたパウダリーファンデーション用のスポンジを用いて、適量取り、肌に塗布して判断した。

試験例 1、2 ファンデーション

試験例 1 では下記表 6 に示す処方中の粉末成分と有機ケイ素系樹脂化合物をエタノール溶媒中にて、ジルコニアビーズを内蔵したサンドグラインダーミルを用いて 15 分間分散・混合させた後、残りの油相成分を添加し、さらにサンドグラインダーミルを用いて、15 分間分散・混合し、得られたスラリーを容器（樹脂製中皿）内に充填し、公知の方法で吸引プレス成型した。

一方、試験例 2 は、有機ケイ素系樹脂化合物を用いずに、試験例 1 と同様に製造した。

〔表 6〕

	試験例 1	試験例 2
セリサイト	1 0	1 0
タルク	to 1 0 0	to 1 0 0
マイカ	1 5	1 5
二酸化チタン	1 0. 5	1 0. 5
微粒子二酸化チタン	5	5
酸化鉄赤	0. 8	0. 8
酸化鉄黄	2	2
酸化鉄黒	0. 1	0. 1
シリコーンレジン球状粉末	6	6
トリメチルシロキシケイ酸	1 0	0
流動パラフィン	4	4

ワセリン	4	4
ソルビタンセスキイソステアレート	0.8	0.8
パラベン	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量

化粧持ち	A	B	
つるつる感	B	D	
疎水性試験	問題なし	水中に分散	
水使用試験	問題なし	使用不可 (ケーキング)	

表6より、媒体ミルによる分散時に、有機ケイ素系樹脂化合物を配合した試験例1は、化粧持ちおよびつるつる感に優れていることがわかる。また、試験例1は、疎水性試験および水使用試験においても問題がないことがわかる。

一方、有機ケイ素系樹脂化合物を配合しない試験例2は、つるつる感に劣り、疎水性試験および水使用試験においても問題があることがわかる。

試験例3～5 ファンデーション

試験例3～5では、表7に示す処方で、試験例1と同様の方法でファンデーションを得た。

[表7]

	試験例3	試験例4	試験例5
セリサイト	20	10	10
タルク	to 100	to 100	to 100
マイカ	10	10	10
二酸化チタン	10.5	10.5	10.5

酸化鉄赤	0.8	0.8	0.8
酸化鉄黄	2	2	2
酸化鉄黒	0.1	0.1	0.1
シリコーン弹性粉末(*)	6	6	6
トリメチルシロキシケイ酸	1	20	30
流動パラフィン	4	4	4
ワセリン	4	4	4
ソルビタンセスキイソステアレート	0.8	0.8	0.8
パラベン	適量	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量
化粧持ち	B	A	A
つるつる感	B	A	A
疎水性試験	問題なし	問題なし	問題なし
水使用	問題なし	問題なし	問題なし

* トレフィル506C (東レ・ダウコーニング・シリコーン社製)

表7より、試験例3、4、5のいずれも、化粧持ち、つるつる感、疎水性試験、水使用試験いずれも問題ないことがわかる。また、試験例4と試験例5を比較した場合、性能面で大きな違いはないことがわかる。しかしながら、有機ケイ素系樹脂化合物は比較的高価なため、試験例5は非常に不経済であると考えられる。

実施例6 おしろい

実施例6では下記表8に示す処方中の粉末成分と有機ケイ素系樹脂化合物をエタノール溶媒中にて、ホモミキサーを用いて9000rpmで15分間分散・混合させた後、残りの油相成分を添加し、さらにサンドグラインダーミルを用いて、

15分間分散・混合し、得られたスラリーを蒸発乾固させ、その後得られた粉末をパルペライザーで一度粉碎して、容器にパウダー状で充填した。

[表 8]

実施例 6

マイカ	10
タルク	to 100
酸化亜鉛	5
微粒子酸化チタン	3
球状シリコーン粉末	8
トリメチルシロキシケイ酸	10
ワセリン	1
スクワラン	2
エステル油	1
パラベン	適量
酸化防止剤	適量
香料	適量

化粧持ち	A
つるつる感	A
疎水性	問題なし

実施例 7 フェースパウダー

実施例 7 では下記表 9 に示す処方中の粉末成分と有機ケイ素系樹脂化合物をエタノール溶媒中にて、ホモミキサーを用いて 9000 rpm で 15 分間分散・混合させた後、残りの油相成分を添加し、さらにサンドグラインダーミルを用いて、

15分間分散・混合し、得られたスラリーを蒸発乾固させ、その後得られた粉末をパルペライザーで一度粉碎して、容器にパウダー状で充填した。

[表9]

実施例7	
タルク	to 100
合成マイカ	30
ベンガラ	0.2
黄酸化鉄	0.7
微粒子酸化チタン	1
シリコーンレジン球状粉末	10
トリメチルシロキシケイ酸	10
ジメチルポリシロキサン	7
パラベン	適量
酸化防止剤	適量
香料	適量
化粧持ち	A
つるつる感	A
疎水性	問題なし

<油性化粧料及び乳化化粧料の製造方法>

つぎに、本発明者らは、粉末成分を含む油性化粧料及び乳化化粧料の製造方法について検討した。これらの化粧料には、微粒子粉末を含むものが多い。従って、化粧料の製造には、高い分散力を必要とする。これら化粧料を製造するためには、バッヂ式媒体ミルを用いることが特に効率的であることが見出された。以下、油

性化粧料及び乳化化粧料の製造方法について詳細に説明する。

バッチ式媒体ミル

本発明におけるバッチ式媒体ミルは、1つのタンク内に、予備混合用の攪拌装置と、媒体ミル部を別個にもっている。媒体ミル部は、容器内にビーズのような固体分散媒体を充填し、さらに容器内を攪拌する攪拌装置をもっている。そして、媒体ミル部内と、タンク内で粉体を含む流体の通過ができるようになっている。したがって、粉体を含む化粧料原料をタンク内に投入すると、予備混合用の攪拌装置で混合される。次に、媒体ミル部を作動させ、媒体ミル部の容器内を攪拌すると、粉体と共に固体分散媒体も攪拌される。そしてさらに攪拌された固体分散媒体により、粉末成分の凝集粒子を粉碎・分散することができる。バッチ式媒体ミルは、必要に応じて、予備混合用の攪拌装置と媒体ミル部を何度でも作動させることができる。そして媒体ミル部と、タンク内で粉体を含む流体を循環させることができる。その結果、バッチ式媒体ミルでは、1つのタンク内で化粧料の製造が可能となる。

本発明の製造方法に用いられる分散装置であるバッチ式の媒体ミルは、その一態様を示すと図1 (A) となる。

図1 (A) に示されるように、本発明の製造方法に用いられるバッチ式の媒体ミルは、タンク18内にバスケット部10と、これに併設された予備混合用と分散液流動用とを兼ね備えた1つ以上のタンク内攪拌装置20を備えたものである。上記バスケット部10は上蓋のジャケット28を備えておりロッド16により位置を固定されている。そしてバスケット部10の側壁にはスリットからなる小孔が多数設けられている。また、バスケット部10にはバスケット部10の内部を攪拌するためのバスケット内攪拌装置14が存在する。

まず、化粧料原料である微粒子粉末を含む粉末と油性成分または水性成分は付設したタンク内攪拌装置20にて予備混合され混合液となされた後、装置に取り付けられたバスケット部10の上部にあるバスケット内攪拌装置14の回転軸周

囲の開口からバスケット部10内に流入する。

ここで、バスケット部10の内部を図1(B)に示す。このバスケット部10の内部には固体分散媒体(ビーズ)22が充填されており、バスケット内攪拌装置14には回転軸と垂直に取り付けられた攪拌ピンディスク26(または攪拌ディスクでもよい)が存在する。この攪拌ピンディスク26には攪拌のためのピン24が存在する。

バスケット部10内に流入した混合液は高速回転する攪拌ピンディスク26により、粉末成分中の種々の粉末凝集粒子を固体分散媒体(ビーズ)22が碎いて粉碎・分散し、さらにバスケット部10の側壁に設けられた多数のスリットからなる小孔12から流出する。

図1(A)の矢印は全体的な流体の経路を示している。

流出した分散液は前記タンク内攪拌装置20により分散流動し、再び一部がバスケット部10上方の開口部分よりバスケット部10内部に流入しタンク18内を循環する。なお、タンク内攪拌装置20の攪拌部分はバスケット部10を出入りする流体経路を妨げない位置にあることが重要である。バッチ式の媒体ミルとは、このようにしてタンク18内での粉末の分散が均一になるように保たれる工程を有する装置である。このような本発明の微粒子粉末を含む化粧料の製造方法に好適な分散装置としては、特公平8-17930の分散装置が挙げられる。

上記バッチ式の媒体ミルに設置されている固体分散媒体(ビーズ)が充填されたバスケット部は、その側壁にスリットからなる小孔を多数有しており、その大きさは使用する固体分散媒体(ビーズ)がバスケット部の外側に流出しない大きさにするので、得られる化粧料には固体分散媒体が含まれることはない。

また、上記のように、本発明に好適に用いられるバッチ式媒体ミルは、固体分散媒体が充填されているバスケット部の側壁に小孔が設けられているため、軸の回転により遠心力で固体分散媒体が側壁部に集中することにより固体分散媒体の密度が高いところを微粒子粉末を含む粉末が通過するため、分散効率を高くすることができる。

本発明における固体分散媒体としては、ガラス、アルミナ、ジルコニア、スチ

ール、フリント石等を原材料としたビーズが使用可能であるが、特にジルコニア製のものが好ましい。また、ビーズの大きさとしては、通常、直径0.3～2mm程度のものを使用するが、本発明では1mm前後のものが好ましい。

また、本発明における予備混合用と分散流動用とを兼ね備えた攪拌装置としては、通常の化粧料製造に用いられる攪拌装置を用いることができるが、回転する棒の先にタービン型の回転翼を取り付けたディスパーを用いることが好適である。

次に油性化粧料と乳化化粧料の製造方法についてより具体的に例を示して説明する。

油性化粧料の製造方法

油性化粧料の製造方法の例を示すと、タンク内攪拌装置を有したバッチ式の媒体ミルを用い、油性成分と粉末とをタンク内攪拌装置にて混合した後、媒体ミル部であるバスケット部により分散混合し、その後必要であればワックス部を添加し加熱融解し、所定の金型などに充填成型することにより油性化粧料を得るという方法が挙げられる。その結果、1つのタンク内において、短時間、低コストで多種の粉末を配合した油性化粧料の製造が可能となる。また製造後の洗浄も従来の製造に比べ、大幅に簡単になる。しかも本発明により得られた油性化粧料は、微粒子粉末を含む粉末の粉碎・分散に優れているため油性ファンデーションはなめらかでさらっとした質感で透明感のある仕上り、さらには高い紫外線防御効果を示すものとができる。

乳化化粧料の製造方法

乳化化粧料の製造方法の例を示すと、タンク内攪拌装置を有したバッチ式媒体ミルを用い、油中水型乳化化粧料の場合、上記油性成分と粉末とをタンク内攪拌装置にて混合した後、媒体ミル部であるバスケット部により分散混合し、その後水性成分を添加し混合攪拌部によって槽内の分散液を混合しつつ、媒体ミルを用いて乳化を行なうことにより油中水型乳化化粧料を得るという方法が挙げられる。また、上記水性成分と粉末とをタンク内攪拌装置にて混合した後、媒体ミル部で

あるバスケット部により分散混合し、その後油性成分を添加し混合攪拌部によつて槽内の分散液を混合しつつ、媒体ミルを用いて乳化を行なうことにより水中油型乳化化粧料を得るという方法が挙げられる。本製造方法によれば、1つのタンク内において、短時間、容易な操作性、低成本で微粒子粉末配合の乳化化粧料の製造が可能となる。しかも、本発明により得られた微粒子粉末を含む乳化化粧料は、微粒子粉末を含む粉末の粉碎・分散に優れているため高い紫外線防御効果を示し、媒体ミルにより乳化しているため滑らかでクリーミーな質感を示すものとすることができます。

微粒子粉末成分

本発明における微粒子粉末としては、平均粒子径が0.005～0.5μmの微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化鉄赤、微粒子酸化鉄黄、微粒子酸化鉄黒、微粒子コバルトブルー等が挙げられる。また、上記の微粒子粉末にシリコーンやフッ素、テフロン、脂肪酸、脂肪酸セッケン、ラウロイルリジン等の表面処理を施した微粒子粉末等を用いることができる。微粒子粉末は通常の粉末より紫外線防御効果、透明感等に優れていることが知られている。これらの1種以上を粉末成分1～60重量%のうち、1～20重量%を含有せしめることが好適である。

1重量%以下では微粒子粉末の効果が発揮できないことがあり、20重量%以上では粉末の比表面積が大きいため油性成分への濡れが悪く粉っぽい質感や成型不良となることがある。

本発明においては、微粒子粉末より大きい、すなわち0.5μmより粒径が大きい通常化粧料粒径の粉末も用いることができる。

粉末成分

本発明における上記粉末成分としては、酸化チタン、酸化亜鉛、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、群青、酸化セリウム、タルク、マイカ、セリサイト、カオリン、シリカ、ステアリン酸亜鉛、含フッ素金雲母、合成タルク、硫酸バリウム、炭酸マグネシウム、チッ化ホウ素などの無機粉末、ナイロン粉末、ポリエチレン

粉末、シリコーン粉末、シリコーン弹性粉末、ポリウレタン粉末、セルロース粉末、PMMA粉末、ポリエチレン粉末などの有機粉末成分、酸化チタン、酸化亜鉛などの無機白色顔料、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、カーボンブラック、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット、群青、紺青などの無機有色顔料、酸化チタンコーテッドマイカ、酸化チタンコーテッドタルク、着色酸化チタンコーテッドマイカ、オキシ塩化ビスマス、魚鱗箔などのパール顔料、アルミナなどの金属粉末顔料、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色228号、赤色305号、橙色203号、橙色204号、黄色205号、黄色401号、および青色404号や、さらに赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色227号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、および黄色203号などのジルコニウム、バリウムまたはアルミニウムレーキなどの有機顔料が挙げられる。また、上記の粉末にシリコーンやフッ素、テフロン、脂肪酸、脂肪酸セッケン、ラウロイルリジン等の表面処理を施した粉末等を用いることができる。これらの1種以上を1~60重量%含有せしめることが好適である。

油性成分

本発明における油性成分としては、セチルイソオクタノエート、グリセリルトリヘキサノエート、イソプロピルミリストート等のエステル油、ワセリン、流動パラフィン、スクワラン等の炭化水素系油分、ヒマシ油、オリーブ油、椿油、木ホバ油、ラノリン等の天然動植物油などを組合わせて用いる。油性成分は合計25~90重量%含有せしめることが好適である。

固形剤

本発明において固形の油性化粧料を製造する際には固形剤としてはワックス成分を配合せしめることが好適である。固形剤のワックス成分としては、マイクロクリスタリンワックス、カルナバロウ、キャンデリラロウ、ポリエチレンワックス、セレシンワックスなどを組合わせて用いることができる。ワックス成分は合

計 3 ~ 25 重量% 含有せしめることが好適である。

水性成分

本発明における水性成分としては、グリセリンなどの多価アルコール、エチルアルコールなどの水溶性物質、水等が挙げられる。

その他の成分

本発明における化粧料には、更に、界面活性剤、分散剤、安定化剤、着色剤、防腐剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、保湿剤、香料等も本発明の目的を達する範囲内で適宜配合することができる。

用途

本発明の化粧料の製造方法は、例えば、アイライナーペンシル、アイブロウペンシル、油性ファンデーション、油性スティックファンデーション、油性アイカラーなどの油性化粧料、乳化サンスクリーン、乳化ファンデーションなどの乳化化粧料の製造に適用される。

以下、実施例によって本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

本発明は、微粒子粉末を含む粉末成分 1 ~ 60 重量% と油性成分 25 ~ 90 重量%、ワックス成分 0 ~ 25 重量% を含有する油性化粧料の製造に好適に用いることができる。

また、本発明は、微粒子粉末を含む粉末成分 10 ~ 60 重量% と油性成分 20 ~ 50 重量%、水性成分 10 ~ 50 重量% を含有する乳化化粧料の製造に好適に用いることができる。

以下により具体的な実施例について示す。なお、実用特性の評価については後述のとおりである。

実用特性評価

20名の女性パネラーに試料を塗布し、しっとりさ及びなめらかさ、粉っぽさ、均一な仕上り、透明感について評価した。

(評価)

17名以上が良いと回答	A
12名～16名が良いと回答	B
9名～11名が良いと回答	C
5名～8名が良いと回答	D
4名以下が良いと回答	E

S P F (紫外線防止効果) の評価

Spectro Radiometer法により in vitro SPF値を測定した。

以下、油性化粧料の実施例を示す。

実施例8、比較例6-1、6-2 油性スティックファンデーション

表10に、実施例8として、本発明の製造法にて製造した油性スティックファンデーションを示す。下記の処方中の粉末成分とオイル成分とをバッチ式媒体ミルに付設されたディスパーにて10分間混合した。その後1mmのジルコニアビーズを内蔵したバスケット部を駆動させて30分間分散・混合した。さらにワックス成分を添加し、タンクを加熱し90～95℃まで上昇させた。その後、溶融状態のままスティック成型用金型に流し込み、冷却後スティックファンデーションとした。一方で、比較例6-1、6-2は通常の製造方法で製造した。比較例6-1は、実施例8と同一処方中の粉末成分をパルペライザーで2回粉碎した後、油性成分とワックス成分が加熱溶解されているタンクに添加し、ホモジナイザーにて10分分散・混合した後、実施例と同様な方法でスティックファンデーションを成型した。比較例6-2では、微粒子粉末を使用せず、通常の酸化鉄を用い比較例6-1と同様な方法でスティックファンデーションを成型した。

[表10]

油性スティックファンデーション	実施例	比較例	比較例
	8	6-1	6-2
セレシンワックス	6	6	6
カルナバワックス	1	1	1
ジメチルポリシロキサン	1.5	1.5	1.5
メチルフェニルポリシロキサン	1.5	1.5	1.5
シリコーン樹脂	2	2	2
トリオクタン酸トリメチロールプロパン	to 100	to 100	to 100
スクワラン	1.0	1.0	1.0
セスキイソステアリン酸ソルビタン	2	2	2
オクチルメトキシシンナメート	3	3	3
セリサイト	3	3	3
微粒子酸化チタン	1.5	1.5	1.5
酸化チタン	1.0	1.0	1.0
微粒子黄酸化鉄	2.5	2.5	—
微粒子赤酸化鉄	0.8	0.8	—
微粒子黒酸化鉄	0.1	0.1	—
黄酸化鉄	—	—	2.5
赤酸化鉄	—	—	0.8
黒酸化鉄	—	—	0.1
球状シリコーン粉末	6	6	6
酸化防止剤	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量
なめらかさ	A	C	B
粉っぽさ	B	C	C

均一な仕上り	A	B	C
透明感	A	B	C
S P F	4 4	3 6	3 4

表10の結果より、バッチ式の媒体ミルを用いた本発明の製造方法によるステイクファンデーション（実施例8）は、微粒子粉末である微粒子酸化鉄黄、微粒子酸化鉄赤、微粒子酸化鉄黒およびその他の粉末の分散状態がよいので、使用感および仕上がり、透明感、紫外線防御効果（S P F 値）に優れていることがわかる。これに対して、ホモジナイザー等の通常の分散装置のみにより製造したステイクファンデーション（比較例6-1および6-2）は、上記微粒子粉末の分散が十分でないため、本発明によるステイクファンデーションより、使用感及び仕上がり、透明感、紫外線防御効果（S P F 値）において劣っていることがわかる。また、微粒子粉末は通常の粉末より効果が高いことが知られているが、比較例6-2に対する比較例6-1の評価が大きく向上していないことから、通常の製造方法によるステイクファンデーションでは微粒子粉末の効果を生かしきれていないことがわかる。

実施例9、比較例7-1、7-2 油性ファンデーション

表11に、実施例9として本発明の製造方法にて製造した油性ファンデーションを示す。下記の処方中の粉末成分とオイル成分とをバッチ式媒体ミルに付設されたディスパーにて10分間混合し、その後1mmのジルコニアビーズを内蔵したバスケット部を駆動させて30分間分散・混合し、油性ファンデーションを得た。一方で、比較例7-1、7-2では通常の製造方法で製造した。比較例7-1では、実施例9と同一処方中の粉末成分をパルペライザーで2回粉碎した後、油性成分に添加し、ホモジナイザーにて10分分散・混合して油性ファンデーションを得た。比較例7-2では、微粒子粉末を使用せず、通常の酸化鉄を用い比較例7-1と同様な方法で油性ファンデーションを得た。

[表11]

油性ファンデーション	実施例	比較例	比較例
	9	7-1	7-2
揮発性シリコーン	to 100	to 100	to 100
シリコーン樹脂	8	8	8
ポリオレイン・メタポリソチラン共重合体	1	1	1
アルコール	8	8	8
オクチルメトキシシンナメート	7	7	7
シリコーン処理タルク	1.4	1.4	1.4
シリコーン処理酸化チタン	6	6	6
ステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタン	1.5	1.5	1.5
シリコーン処理微粒子赤酸化鉄	0.3	0.3	—
シリコーン処理微粒子黄酸化鉄	2	2	—
シリコーン処理微粒子黒酸化鉄	0.2	0.2	—
シリコーン処理赤酸化鉄	—	—	0.3
シリコーン処理黄酸化鉄	—	—	2
シリコーン処理黒酸化鉄	—	—	0.2
シリコーン弾性粉末	2.5	2.5	2.5
酸化防止剤	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量
しっとりさ	B	C	C
なめらかさ	A	B	B
粉っぽさ	B	C	C
均一な仕上り	A	C	B
透明感	A	B	C
S P F	5.3	4.5	4.2

表11の結果より、バッチ式の媒体ミルを用いた本発明の製造方法による油性ファンデーション（実施例9）は、微粒子粉末である微粒子酸化鉄黄、微粒子酸化鉄赤、微粒子酸化鉄黒およびその他の粉末の分散状態がよいので、使用感および仕上がり、透明感、紫外線防御効果（SPF値）に優れていることがわかる。これに対して、ホモジナイザー等の通常の分散装置のみにより製造した油性ファンデーション（比較例7-1および7-2）は、上記微粒子粉末の分散が十分でないため、本発明による油性ファンデーションより、使用感および仕上がり、透明感、紫外線防御効果（SPF値）において劣っていることがわかる。また、微粒子粉末は通常の粉末より効果が高いことが知られているが、比較例7-2に対する比較例7-1の評価が大きく向上していないことから、通常の製造方法による油性ファンデーションでは微粒子粉末の効果を生かしきれていないことがわかる。

実施例10、比較例8 油性スティックファンデーション

表12に、実施例10として、本発明の製造法にて製造した油性スティックファンデーションを示す。下記の処方中の粉末成分とオイル成分とをバッチ式媒体ミルに付設されたディスパーにて10分間混合し、その後1mmのジルコニアビーズを内蔵したバスケット部を駆動させて30分間分散・混合した。さらにワックス成分を添加し、タンクを加熱し90～95℃まで上昇させた後、溶融状態のままスティック成型用金型に流し込み、冷却後スティックファンデーションとした。一方で、比較例8では通常の製造方法で製造した。実施例10と同一処方中の粉末成分をパルペライザーで2回粉碎した後、オイル成分とワックス成分が加熱溶解されているタンクに添加し、ホモジナイザーにて10分分散・混合した後、実施例と同様な方法でスティックファンデーションを成型した。

[表12]

油性スティックファンデーション

実施例 10 比較例 8

セレシンワックス	6	6
カルナバワックス	1	1
ジメチルポリシロキサン	1.5	1.5
メチルフェニルポリシロキサン	1.5	1.5
シリコーン樹脂	2	2
トリオクタン酸トリメチロールプロパン	to 100	to 100
スクワラン	1.0	1.0
セスキイソステアリン酸ソルビタン	2	2
オクチルメトキシシンナメート	3	3
セリサイト	3	3
微粒子酸化チタン	2.0	2.0
酸化チタン	1.0	1.0
黄酸化鉄	2.5	2.5
ベンガラ	0.8	0.8
黒酸化鉄	0.1	0.1
球状シリコーン粉末	6	6
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量
なめらかさ	A	B
粉っぽさ	B	C
均一な仕上り	A	B
S P F	4.8	3.8

表 12 の結果より、バッチ式の媒体ミルを用いた本発明の製造方法による油性スティックファンデーション（実施例 10）は、微粒子粉末である微粒子酸化チ

タンおよびその他の粉末の分散状態がよいので、使用感および均一な仕上がり、紫外線防御効果（S P F 値）に優れていることがわかる。これに対して、ホモジナイザー等の通常の分散装置のみにより製造した油性スティックファンデーション（比較例 8）は、上記粉末の分散が十分でないため、本発明による油性スティックファンデーションより、使用感および均一な仕上がり、紫外線防御効果（S P F 値）において劣っていることがわかる。

実施例 1 1、比較例 9 油性ファンデーション

表 1 3 に、実施例 1 1 として、本発明の製造方法にて製造した油性ファンデーションを示す。実施例 1 1 では下記の処方中の粉末成分とオイル成分とをバッチ式媒体ミルに付設されたディスパーにて 10 分間混合し、その後 1 mm のジルコニアビーズを内蔵したバスケット部を駆動させて 30 分間分散・混合し、油性ファンデーションを得た。一方で、比較例 9 では通常の製造方法で製造した。実施例 1 1 と同一処方中の粉末成分をパルペライザーで 2 回粉碎した後、オイル成分に添加し、ホモジナイザーにて 10 分分散・混合して油性ファンデーションを得た。

[表 1 3]

油性ファンデーション	実施例 1 1	比較例 9
揮発性シリコーン	to 100	to 100
シリコーン樹脂	8	8
ポリオキシチレン・メチルポリシロキサン共重合体	1	1
アルコール	8	8
オクチルメトキシシンナメート	7	7
シリコーン処理タルク	1.4	1.4
シリコーン処理酸化チタン	6	6
ステアリン酸アルミニ処理微粒子酸化チタン	1.5	1.5
シリコーン処理ベンガラ	0.3	0.3

シリコーン処理黄酸化鉄	2	2
シリコーン処理黒酸化鉄	0.2	0.2
シリコーン弹性粉末	2.5	2.5
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量
しっとりさ	B	C
なめらかさ	A	B
粉っぽさ	B	C
均一な仕上がり	A	C
S P F	50	43

表13の結果より、バッヂ式の媒体ミルを用いた本発明の製造方法による油性ファンデーション（実施例11）は、微粒子粉末であるステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタンやその他の粉末の分散状態がよいので、使用感および均一な仕上がり、紫外線防御効果（S P F 値）に優れていることがわかる。これに対して、ホモジナイザー等の通常の分散装置のみにより製造した油性ファンデーション（比較例9）は、上記粉末の分散が十分でないため、本発明による油性ファンデーションより、使用感および均一な仕上がり、紫外線防御効果（S P F 値）において劣っていることがわかる。

以下、乳化化粧料の実施例を示す。

実施例12、比較例10 油中水型乳化サンスクリーン

表14に、実施例12として、油中水型乳化サンスクリーンを製造法にて製造した。実施例12では、下記の処方中の粉末成分と油性成分とをバッヂ式媒体ミルに付設されたディスパーにて10分間混合し、その後1mmのジルコニアビーズを内蔵したバスケット部を駆動させて30分間分散・混合した。さらにそこに水

性成分を添加し、ディスパーにて槽内を混合させつつ媒体ミルにて乳化し、サンスクリーンとした。一方で、比較例10では通常の製造方法で製造した。実施例12と同一処方中の粉末成分を油性成分に添加し、ホモジナイザーにて10分間分散し、そこに水性成分を添加しホモジナイザーにて乳化しサンスクリーンとした。

[表14]

油中水型乳化サンスクリーン	実施例12 比較例10	
揮発性シリコーン	to 100	to 100
ジメチルポリシロキサン	5	5
ポリオキシエチレン・メルポリシロキサン共重合体	3	3
有機変性ペントナイト	1	1
シリコーン処理タルク	1 0	1 0
ステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタン	7	7
シリコーン弹性粉末	3	3
イオン交換水	3 5	3 5
グリセリン	5	5
防腐剤	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量
しっとりさ	B	C
なめらかさ	A	B
粉っぽさ	B	C
均一な仕上り	A	C
S P F	3 3	2 4

表14の結果より、バッヂ式の媒体ミルを用いた本発明の製造方法による油中水型乳化サンスクリーン（実施例12）は、微粒子粉末であるステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタンおよびその他の粉末の分散状態がよいので、使用感および仕上がり、紫外線防御効果（SPF値）に優れていることがわかる。これに対して、ホモジナイザー等の通常の分散装置のみにより製造した油中水型乳化サンスクリーン（比較例10）は、上記微粒子粉末を含む粉末の分散が十分でないため、本発明による油中水型乳化サンスクリーンより、使用感および仕上がり、透明感、紫外線防御効果（SPF値）において劣っていることがわかる。

実施例13、比較例11 油中水型乳化ファンデーション

表15に、実施例13として、本発明の製造法にて製造した油中水型乳化ファンデーションを示す。実施例13では下記の処方中の粉末成分と油性成分とをバッヂ式媒体ミルに付設されたディスパーにて10分間混合し、その後1mmのジルコニアビーズを内蔵したバスケット部を駆動させて30分間分散・混合した。さらにそこに水性成分を添加し、ディスパーにて槽内を混合させつつ媒体ミルにて乳化し、ファンデーションとした。一方で、比較例11では通常の製造方法で製造した。すなわち比較例13では、実施例13と同一処方中の粉末成分を油性成分に添加し、ホモジナイザーにて10分間分散し、そこに水性成分を添加しホモジナイザーにて乳化しファンデーションとした。

[表15]

油中水型乳化ファンデーション	実施例13 比較例11	
揮発性シリコーン	to 100	to 100
ジメチルポリシロキサン	5	5
ポリオキシエチレン・メルポリオキシサン共重合体	3	3
有機変性ベントナイト	1	1

シリコーン処理酸化チタン	6	6
ステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタン	1.0	1.0
シリコーン処理赤酸化鉄	0.3	0.3
シリコーン処理黄酸化鉄	2	2
シリコーン処理黒酸化鉄	0.2	0.2
シリコーン弹性粉末	5	5
ナイロン粉末	5	5
イオン交換水	3.0	3.0
保湿剤	5	5
防腐剤	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量
しっとりさ	B	C
なめらかさ	A	B
粉っぽさ	B	C
均一な仕上り	A	B
S P F	3.0	2.2

表15の結果より、バッチ式の媒体ミルを用いた本発明の製造方法による油中水型乳化ファンデーション（実施例13）は、微粒子粉末であるステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタンおよびその他の粉末の分散状態がよいので、使用感および仕上がり、紫外線防御効果（S P F 値）に優れていることがわかる。これに対して、ホモジナイザー等の通常の分散装置のみにより製造した油中水型乳化ファンデーション（比較例11）は、上記微粒子粉末を含む粉末の分散が十分でないため、本発明による油中水型乳化ファンデーションより、使用感および仕上がり、均一な仕上がり、紫外線防御効果（S P F 値）において劣っていることがわ

かる。

実施例 14、比較例 12-1、12-2 油中水型乳化ファンデーション

表 16 に、実施例 14 として、本発明の製造法にて製造した油中水型乳化ファンデーションを示す。下記の処方中の粉末成分と油性成分とをバッチ式媒体ミルに付設されたディスパーにて 10 分間混合し、その後 1 mm のジルコニアビーズを内蔵したバスケット部を駆動させて 30 分間分散・混合した。さらにそこに水性成分を添加し、ディスパーにて槽内を混合させつつ媒体ミルにて乳化し、ファンデーションとした。一方で、比較例 12-1、12-2 では通常の製造方法で製造した。比較例 12-1 では、実施例 14 と同一処方中の粉末成分を油性成分に添加し、ホモジナイザーにて 10 分間分散し、そこに水性成分を添加しホモジナイザーにて乳化しファンデーションとした。比較例 12-2 では、微粒子粉末を使用せず、通常の酸化鉄を用い比較例 12-1 と同様な方法でファンデーションを得た。

[表 16]

油中水型乳化ファンデーション	実施例	比較例	比較例
	14	12-1	12-2
揮発性シリコーン	to 100	to 100	to 100
ジメチルポリシロキサン	5	5	5
ポリブチレン・メルポリシロキサン共重合体	3	3	3
有機変性ベントナイト	1	1	1
シリコーン処理酸化チタン	6	6	6
ステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタン	1.0	1.0	1.0
シリコーン処理微粒子赤酸化鉄	0.3	0.3	—
シリコーン処理微粒子黄酸化鉄	2	2	—
シリコーン処理微粒子黒酸化鉄	0.2	0.2	—

シリコーン処理赤酸化鉄	—	—	0.3
シリコーン処理黄酸化鉄	—	—	2
シリコーン処理黒酸化鉄	—	—	0.2
シリコーン弹性粉末	5	5	5
ナイロン粉末	5	5	5
イオン交換水	30	30	30
保湿剤	5	5	5
防腐剤	適量	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量
しっとりさ	B	C	C
なめらかさ	A	C	B
粉っぽさ	B	C	C
均一な仕上り	A	C	B
S P F	32	24	22

表16の結果より、バッチ式の媒体ミルを用いた本発明の製造方法による油中水型乳化ファンデーション（実施例14）は、微粒子粉末であるステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタン、微粒子酸化鉄赤、微粒子酸化鉄黄、微粒子酸化鉄黒およびその他の粉末の分散状態がよいので、使用感および均一な仕上がり、紫外線防御効果（S P F値）に優れていることがわかる。これに対して、ホモジナイザー等の通常の分散装置のみにより製造した油中水型乳化ファンデーション（比較例12-1および12-2）は、上記微粒子粉末の分散が十分でないため、本発明による油中水型乳化ファンデーションより、使用感および均一な仕上がり、紫外線防御効果（S P F値）において劣っていることがわかる。また、微粒子粉末は通常の粉末より効果が高いことが知られているが、比較例12-2に対する

比較例 12-1 の評価が大きく向上していないことから、通常の製造方法による油中水型乳化ファンデーションでは微粒子粉末の効果を生かしきれていないことがわかる。

実施例 15、比較例 13 水中油型乳化サンスクリーン

表 17 に、実施例 15 として本発明の製造法にて製造した水中油型乳化サンスクリーンを示す。下記の処方中の粉末成分と水性成分とをバッチ式媒体ミルに付設されたディスパーにて 10 分間混合し、その後 1 mm のジルコニアビーズを内蔵したバスケット部を駆動させて 30 分間分散・混合した。さらにそこに油性成分を添加し、ディスパーにて槽内を混合させつつ媒体ミルにて乳化し、サンスクリーンとした。一方で、比較例 13 では通常の製造方法で製造した。実施例 15 と同一処方中の粉末成分を水性成分に添加し、ホモジナイザーにて 10 分間分散し、そこに油性成分を添加しホモジナイザーにて乳化しサンスクリーンとした。

[表 17]

水中油型乳化サンスクリーン	実施例 15	比較例 13
スクワラン	to 100	to 100
オリーブ油	5	5
オクチルメトキシンナメート	5	5
ステアリン酸	2	2
グリセリルモノステアレート	2	2
P O E (40) モノステアリン酸ソルビタン	2	2
タルク	8	8
微粒子酸化チタン	7	7
微粒子酸化亜鉛	10	10
イオン交換水	45	45
グリセリン	5	5

防腐剤	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量
しっとりさ	B	C
なめらかさ	A	B
粉っぽさ	B	C
均一な仕上り	A	C
S P F	2 6	2 0

表17の結果より、バッチ式の媒体ミルを用いた本発明の製造方法による水中油型乳化サンスクリーン（実施例15）は、微粒子粉末であるステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタンおよびその他の粉末の分散状態がよいので、使用感および均一な仕上がり、紫外線防御効果（S P F 値）に優れていることがわかる。これに対して、ホモジナイザー等の通常の分散装置のみにより製造した水中油型乳化サンスクリーン（比較例13）は、上記微粒子粉末を含む粉末の分散が十分でないため、本発明による水中油型乳化サンスクリーンより、使用感および均一な仕上がり、紫外線防御効果（S P F 値）において劣っていることがわかる。

実施例16、比較例14-1、14-2 水中油型乳化ファンデーション

表18に実施例16として、水中油型乳化ファンデーションを製造法にて製造した。下記の処方中の粉末成分と水相成分とをバッチ式媒体ミルに付設されたディスパーにて10分間混合し、その後1mmのジルコニアビーズを内蔵したバスケット部を駆動させて30分間分散・混合した。さらにそこに油性成分を添加し、ディスパーにて槽内を混合させつつ媒体ミルにて乳化し、乳化ファンデーションとした。一方で、比較例14-1、14-2では通常の製造方法で製造した。比較例14-1では、実施例16と同一処方中の粉末成分を水性成分に添加し、ホモジナイザーにて10分間分散し、そこに油性成分を添加しホモジナイザーにて

乳化しファンデーションとした。比較例 14-2 では、微粒子粉末を使用せず、通常の酸化鉄を用い比較例 14-1 と同様な方法でファンデーションを得た。

[表 18]

水中油型乳化ファンデーション	実施例	比較例	比較例
	1 6	14-1	14-2
スクワラン	to 100	to 100	to 100
オリーブ油	1 0	1 0	1 0
ステアリン酸	2	2	2
グリセリルモノステアレート	2	2	2
P O E (4 0) モノステアリン酸ソルビタン	2	2	2
タルク	8	8	8
微粒子酸化チタン	7	7	7
酸化チタン	5	5	5
微粒子黄酸化鉄	2	2	—
微粒子赤酸化鉄	0. 5	0. 5	—
黄酸化鉄	—	—	2
赤酸化鉄	—	—	0. 5
イオン交換水	4 5	4 5	4 5
グリセリン	5	5	5
防腐剤	適量	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量
しっとりさ	B	C	C
なめらかさ	A	B	B
粉っぽさ	B	C	C

均一な仕上り	A	C	B
S P F	2 3	1 7	1 4

表18の結果より、バッチ式の媒体ミルを用いた本発明の製造方法による水中油型乳化ファンデーション（実施例16）は、微粒子粉末である微粒子酸化チタン、微粒子黄酸化鉄、微粒子赤酸化鉄およびその他の粉末の分散状態がよいので、使用感および均一な仕上がり、紫外線防御効果（S P F 値）に優れていることがわかる。これに対して、ホモジナイザー等の通常の分散装置のみにより製造した水中油型乳化ファンデーション（比較例14-1および14-2）は、上記微粒子粉末を含む粉末の分散が十分でないため、本発明による水中油型乳化ファンデーションより、使用感および均一な仕上がり、紫外線防御効果（S P F 値）において劣っていることがわかる。また、微粒子粉末は通常の粉末より効果が高いことが知られているが、比較例14-2に対する比較例14-1の評価が大きく向上していないことから、通常の製造方法による水中油型乳化ファンデーションでは微粒子粉末の効果を生かしきれていないことがわかる。

実施例17、比較例15-1、15-2 水中油型乳化ファンデーション

表19に、実施例17として本発明の製造法にて製造した水中油型乳化ファンデーションを示す。下記の処方中の水性成分に油性成分を添加し、ディスパーにて槽内を混合させつつ媒体ミルにて乳化した。その後、疎水化処理を施した粉末をバッチ式媒体ミルに付設されたディスパーにて10分間混合し、その後1mmのジルコニアビーズを内蔵したバスケット部を駆動させて30分間分散・混合し、ファンデーションとした。一方で、比較例15-1、15-2では通常の製造方法で製造した。比較例15-1では、実施例17と同一処方中の粉末成分を水性成分に添加し、ホモジナイザーにて10分間分散し、そこに油性成分を添加しホモジナイザーにて乳化しサンスクリーンとした。比較例15-2では、微粒子粉末を使用せず、通常の酸化鉄を用い比較例15-1と同様な方法でファンデーションを得た。

[表 19]

水中油型乳化ファンデーション	実施例	比較例	比較例
	17	15-1	15-2
スクワラン	to 100	to 100	to 100
オリーブ油	5	5	5
オクチルメトキシンナメート	5	5	5
ステアリン酸	2	2	2
グリセリルモノステアレート	2	2	2
POE (40) モノステアリン酸ソルビタン	2	2	2
シリコーン処理タルク	8	8	8
ステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタン	7	7	7
シリコーン処理微粒子黄酸化鉄	2	2	—
シリコーン処理微粒子赤酸化鉄	0.5	0.5	—
シリコーン処理黄酸化鉄	—	—	2
シリコーン処理赤酸化鉄	—	—	0.5
イオン交換水	4.5	4.5	4.5
グリセリン	5	5	5
防腐剤	適量	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量
しっとりさ	B	C	C
なめらかさ	A	B	B
粉っぽさ	B	C	C
均一な仕上り	A	C	B

表19の結果より、バッチ式の媒体ミルを用いた本発明の製造方法による水中油型乳化ファンデーション（実施例17）は、微粒子粉末であるステアリン酸アルミ処理微粒子酸化チタン、シリコーン処理微粒子黄酸化鉄、シリコーン処理微粒子赤酸化鉄およびその他の粉末の分散状態がよいので、使用感および均一な仕上がり、紫外線防御効果（S P F 値）に優れていることがわかる。これに対して、ホモジナイザー等の通常の分散装置のみにより製造した水中油型乳化ファンデーション（比較例15-1および15-2）は、上記微粒子粉末の分散が十分でないため、本発明による水中油型乳化ファンデーションより、使用感および均一な仕上がり、紫外線防御効果（S P F 値）において劣っていることがわかる。また、微粒子粉末は通常の粉末より効果が高いことが知られているが、比較例15-2に対する比較例15-1の評価が大きく向上していないことから、通常の製造方法による水中油型乳化ファンデーションでは微粒子粉末の効果を生かしきれていないことがわかる。

実施例18、比較例16 水中油型乳化ファンデーション

表20に、実施例18として、本発明の製造法にて製造した水中油型乳化ファンデーションを示す。下記の処方中の粉末成分と水性成分とをバッチ式媒体ミルに付設されたディスパーにて10分間混合し、その後1mmのジルコニアビーズを内蔵したバスケット部を駆動させて30分間分散・混合した。さらにそこに油性成分を添加し、ディスパーにて槽内を混合させつつ媒体ミルにて乳化し、乳化ファンデーションとした。一方で、比較例16では通常の製造方法で製造した。実施例18と同一処方中の粉末成分をパルペライザーにて2回粉碎し、水性成分に添加した後ホモジナイザーにて10分間分散し、そこに油性成分を添加しホモジナイザーにて乳化しファンデーションとした。

[表20]

水中油型乳化ファンデーション

実施例 18 比較例 16

	to 100	to 100
スクワラン		
オリーブ油	1 0	1 0
ステアリン酸	2	2
グリセリルモノステアレート	2	2
P O E (4 0) モノステアリン酸ソルビタン	2	2
タルク	8	8
微粒子酸化チタン	7	7
酸化チタン	5	5
黄酸化鉄	1	1
ベンガラ	0. 5	0. 5
イオン交換水	4 5	4 5
グリセリン	5	5
防腐剤	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量
しっとりさ	B	C
なめらかさ	A	B
粉っぽさ	B	C
均一な仕上り	A	C
S P F	2 3	1 7

表 20 の結果より、バッヂ式の媒体ミルを用いた本発明の製造方法による水中油型乳化ファンデーション（実施例 18）は、微粒子粉末である微粒子酸化チタン、およびその他の粉末の分散状態がよいので、使用感および均一な仕上がり、

紫外線防御効果 (S P F 値) に優れていることがわかる。これに対して、ホモジナイザー等の通常の分散装置のみにより製造した水中油型乳化ファンデーション (比較例 16) は、上記粉末の分散が十分でないため、本発明による水中油型乳化ファンデーションより、使用感および均一な仕上がり、紫外線防御効果 (S P F 値) において劣っていることがわかる。

つぎに、本発明者らはディスパーを付設したバッチ式媒体ミルと、従来用いられてきた連続式媒体ミル (ダイノーミル) について比較検討を行った。

パウダーカーボン混合樹脂等総量 350 L を $5 \mu\text{m}$ 、 $2.5 \mu\text{m}$ の粒度にするのに必要な時間を下記表 21 に示す。両媒体ミル共に固形分散媒体として、直径 1.6 mm のチタニアビーズを用いている。

[表 21]

製造装置名	粒度 (μm)	パス数	時間 (hr)
連続式媒体ミル	5	1	4
	2.5	2	8
バッチ式媒体ミル	5	—	1.5
	2.5	—	1.75

(運転データ)

連続式媒体ミル：ビーズ充填率 80 %

吐出量 86 (Kg/h)

周速 13 (m/sec)

バッチ式媒体ミル：ビーズ充填率 85 %

周速 11 (m/sec)

表 21 の結果より、本発明にかかるバッチ式媒体ミルにおいては、パウダーカーボンを粒度 $5 \mu\text{m}$ にするのに 1.5 時間、 $2.5 \mu\text{m}$ にするのに 1.75 時間

かかることがわかる。これに対して、連続式媒体ミルにおいては、パウダーカーボンを粒度 $5 \mu\text{m}$ にするのに 4 時間、 $2.5 \mu\text{m}$ にするのに 8 時間かかっていることがわかる。したがって、バッチ式にすることによって大幅に製造時間が短縮できることがわかる。

つぎに、各種媒体ミルによりパウダーカーボン混合樹脂等総量で 300 L を $5 \mu\text{m}$ まで粒度を下げるのに必要な時間を下記表 22 に示す。

[表 22]

製造装置名	時間 (h r)
連続式ダイノーミル (8 パス)	1 0
連続式ボールミル	4 0
連続式ロールミル	1 2 ~ 2 4
バッチ式媒体ミル	2 ~ 3

表 22 の結果より、バッチ式媒体ミルを用いた製造方法においては、パウダーカーボンの粒度を $5 \mu\text{m}$ に下げるのに 2 ~ 3 時間かかることがわかる。これに対し、連続式媒体ミルにおいては、10 ~ 40 時間かかることがわかる。したがって、表 22 からバッチ式媒体ミルは、工程時間を短縮するのに極めて有効であることがわかる。

(疎水化処理工程を含む化粧料の製造方法)

本発明者らは、有機変性粘土鉱物を用いて極めて安定な疎水化粉体分散体を媒体ミルにより製造する技術を得た。そこで、つぎに本発明者らは、この疎水化粉体分散体を利用した油性化粧料および乳化化粧料の製造方法を検討した。

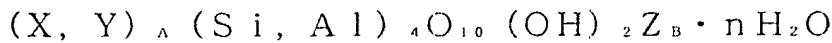
以下、疎水化粉体分散体及びそれを用いた化粧料の製造方法について説明する。

有機変性粘土鉱物

本発明において用いられる有機変性粘土鉱物は、疎水性媒体中で分散・膨潤す

るものを広く含むが、特に水膨潤性粘土鉱物を第4級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤と非イオン性界面活性剤とで処理して得られるものが好適である。

ここで用いられる水膨潤性粘土鉱物としては、三層構造を有するコロイド性含水ケイ酸アルミニウムの一種で、一般に下記一般式



(但し、 $X = Al, Fe^{+++}, Mn^{+++}, Cr^{+++}$

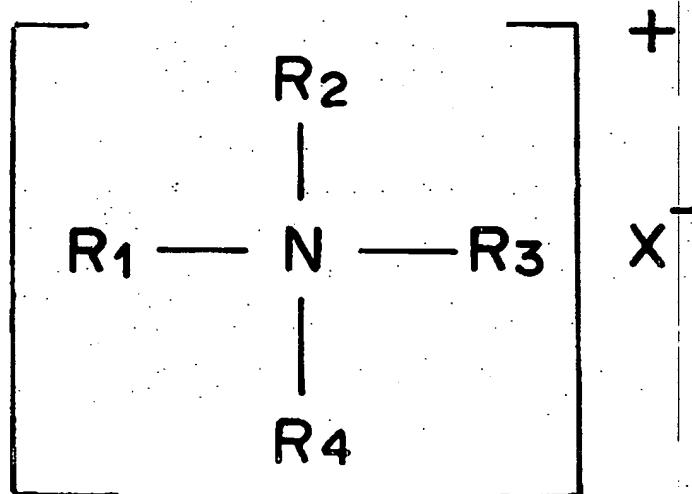
$Y = Mg, Fe^{++}, Ni, Zn, Li$

$Z = K, Na, Ca$

また、Aは2～3、Bは1／3を表す。)

で表され、具体的にはモンモリロナイト、サポナイトおよびヘクトライトなどの天然または合成（この場合、式中の（OH）基がフッ素で置換されたもの）のモンモリロナイト群（市販品ではビーガム、クニピア、ラボナイトなどがある）およびナトリウムシリシックマイカナトリウムまたはリチウムテニオライトの名称で知られる合成雲母（市販品ではダイモナイト；トピー工業（株）等がある）などである。

また、第4級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤としては下記一般式



(式中、R₁は炭素数10～22のアルキル基またはベンジル基、R₂はメチル基または炭素数10～22のアルキル基、R₃とR₄は炭素数1～3のアルキル基またはヒドロキシアルキル基、Xはハロゲン原子またはメチルサルフェート残基を表す。)で表されるものが用いられる。

例えば、ドデシルトリメチルアンモニウムクロリド、ミリスチルトリメチルアンモニウムクロリド、セチルトリメチルアンモニウムクロリド、ステアリルトリメチルアンモニウムクロリド、アラキルトリメチルアンモニウムクロリド、ベヘニルトリメチルアンモニウムクロリド、ミリスチルジメチルエチルアンモニウムクロリド、セチルジメチルエチルアンモニウムクロリド、ステアリルジメチルエチルアンモニウムクロリド、アラキルジメチルエチルアンモニウムクロリド、ベヘニルジメチルエチルアンモニウムクロリド、ミリスチルジエチルメチルアンモニウムクロリド、セチルジエチルメチルアンモニウムクロリド、ステアリルジエチルメチルアンモニウムクロリド、アラキルジエチルメチルアンモニウムクロリド、ベヘニルジエチルメチルアンモニウムクロリド、ベンジルジメチルミリスチルアンモニウムクロリド、ベンジルジメチルセチルアンモニウムクロリド、ベンジルジメチルステアリルアンモニウムクロリド、ベンジルジメチルベヘニルアンモニウムクロリド、ベンジルメチルエチルセチルアンモニウムクロリド、ベンジルメチルエチルステアリルアンモニウムクロリド、ジベヘニルジヒドロキシエチルアンモニウムクロリド、および相当するプロミド等、さらにジパルミチルプロピルエチルアンモニウムメチルサルフェートなどが挙げられる。

本発明においては、これらの内一種または二種以上が任意に選択される。

本発明の有機変性粘土鉱物で用いられる非イオン界面活性剤は、HLB値が2～16の範囲に存在し、3～12のものがさらに好適である。

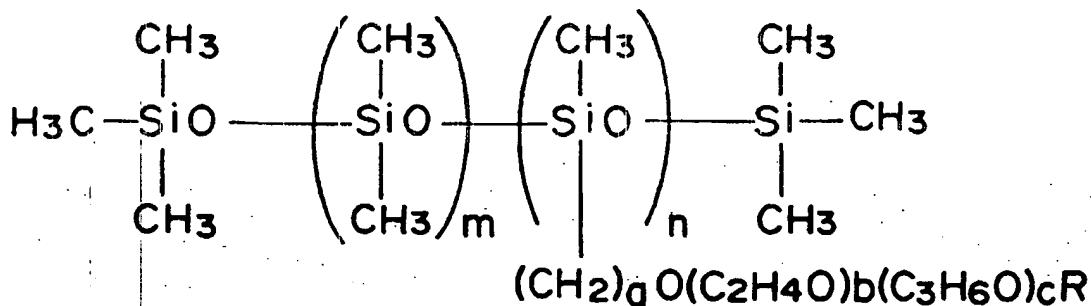
ここでいうHLB値は、下記の川上式により算出される。

$$HLB = 7 + 11 \cdot 7 \cdot \log \left(\frac{M_w}{M_o} \right)$$

(ここで、M_wは親水性基部の分子量、M_oは親油基部の分子量をそれぞれ表す。)

例示すれば、ポリオキシエチレン2～30モル付加(以下POE(2～30))

と略す} オレイルエーテル、POE (2~3.5) ステアリルエーテル、POE (2~2.0) ラウリルエーテル、POE (1~2.0) アルキルフェニルエーテル、POE (6~1.8) ベヘニルエーテル、POE (5~2.5) 2-デシルペンタデシルエーテル、POE (3~2.0) 2-デシルテトラデシルエーテル、POE (3~2.0) 2-デシルテトラデシルエーテル、POE (8~1.6) 2-オクチルデシルエーテル等のエーテル型活性剤、およびPOE (4~6.0) 硬化ヒマシ油、POE (3~1.4) 脂肪酸モノエステル、POE (6~3.0) 脂肪酸ジエステル、POE (5~2.0) ソルビタン脂肪酸エステル等のエステル型活性剤、更にPOE (2~3.0) グルセリルモノイソステアレート、POE (1.0~6.0) グルセリルトリイソステアレート、POE (7~5.0) 硬化ヒマシ油モノイソステアレート、POE (1.2~6.0) 硬化ヒマシ油トリイソステアレート等のエーテルエステル型活性剤等のエチレンオキシド付加型界面活性剤、及びデカグリセリルテトラオレート、ヘキサグリセリルトリイソステアレート、テトラグリセリルジイソステアレート、ジグリセリルジイソステアレート等のポリグリセリン脂肪酸エステル、グリセリルモノイソステアレート、グリセリルモノオレート等のグリセリン脂肪酸エステル、等の多価アルコール脂肪酸エステル型界面活性剤、ノニオノン変性シリコーン活性剤、例えば下記式で示されるジメチルポリシロキサンポリオキシアルキレン共重合体等の変性シリコーンなどが挙げられる。



(式中、aは1~5、bは7~15、cは0~4、
 mは20~100、nは1~5の各整数であり、
 Rは水素原子又は炭素数1~5のアルキル基である。)

これらの中で特に、デカグリセリルテトラオレート、ヘキサグリセリルトリイソステアレート、テトラグリセリルジイソステアレート等のトリグリセリン以上のポリグリセリン脂肪酸エステル、POE(2~12)オレイルエーテル、POE(3~12)ステアリルエーテル、POE(2~10)ラウリルエーテル、POE(2~10)ノニルフェニルエーテル、POE(6~15)ベヘニルエーテル、POE(5~20)2-デシルペンタデシルエーテル、POE(5~17)2-デシルテトラデシルエーテル、POE(8~16)2-オクチルデシルエーテル等のPOE付加工エーテル型活性剤、及びPOE(10~20)硬化ヒマシ油、POE(5~14)オレイン酸モノエステル、POE(6~20)オレイン酸ジエステル、POE(5~10)ソルビタンオレイン酸エステル等のPOE付加工エーテル型活性剤、POE(3~15)グリセリルモノイソステアレート、POE(10~40)グリセリルトリイソステアレート等のPOE付加工エーテルエステル型活性剤等のエチレンオキシド付加型の非イオン性界面活性剤が好適に用いられる。

本発明において、これら非イオン性界面活性剤の中から一種または二種以上が任意に選択されて用いることができる。

本発明に用いる有機変性粘土鉱物の処理方法としては、例えば、水、アセトン、あるいは低級アルコール等の低沸点溶剤中で水膨潤性粘土鉱物と第四級アンモニ

ウム塩型カチオン界面活性剤と非イオン性界面活性剤とを分散攪拌処理するか、またはあらかじめ水膨潤性粘土鉱物と第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤とを低沸点溶剤中で処理してカチオン変性粘土鉱物を得てから非イオン性界面活性剤で処理し、次いで低沸点溶剤を除去することによって得られる。

以上のように調整された有機変性粘土鉱物について説明する。粘土鉱物のうち、例えばスメクタイト族に属し、水膨潤性を示すNa型モンモリロナイトは、第四級アンモニウム塩型有機カチオンとのカチオン交換反応で、疎水性の有機変性モンモリロナイトとなる。さらに、非イオン界面活性剤を包接して、包接化合物（複合体）を生成し、油中で膨潤し、粘調な油性ゲルを生成する。非イオン界面活性剤は、カチオン交換反応に関与しないモンモリロナイト層間（シリケイト層）の極性サイトに包接されるものと考えられ、油性ゲルの生成はこの層間へ、さらに油が侵入して膨潤、ゲル化するものと考えられる（油化学第40巻 第6号 491-496 1991）。

得られた有機変性粘土鉱物の構造は、第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤と非イオン界面活性剤とが層間に入り込むことにより水膨潤性粘土鉱物の層間隔は広がった状態になっている。従って、X線回折で長面間隔を測定することにより第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤と非イオン界面活性剤の吸着の有無を確認できる。

また、得られた有機変性粘土鉱物をクロロホルム、エーテルなどを用いてソックスレー抽出すれば層間の界面活性剤は洗い流されてくるので、該抽出液をガスクロマトグラフィー分析、熱分解温度測定あるいは熱分解量測定（DTA-TG測定）等にかけて界面活性剤の存在を確かめることができる。

本発明に用いる有機変性粘土鉱物中の第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤の含有量は特に限定されないが、水膨潤性粘土鉱物100gに対して60～140ミリ等量（以下meqと略す）であることが望ましい。また有機変性粘土鉱物中の非イオン界面活性剤の含有量は、水膨潤粘土鉱物100gに対して5～100gが好ましく、更に好ましくは15～50gである。

有機変性粘土鉱物の使用量としては、分散体中0.1～5%が好ましく、さら

に好ましくは0.5～3%である。0.1%よりも少ない場合、有機変性粘土鉱物の添加効果が得られず、安定な分散体は得られない場合がある。また、5%を越えると調製される分散体の粘度が高く、高剪断力付加に過大な負荷がかかる、また化粧料などの組成物に配合した際に伸びが悪くざらつく、透明感がないなど、実使用上の問題が生じる。

疎水性分散媒

本発明においては、前述したようにして得られる有機変性粘土鉱物を疎水性分散媒に配合することにより、分散・膨潤させることが必要である。このような疎水性分散媒を例示すれば、流動パラフィン、スクワラン、イソパラフィン、分岐鎖状軽パラフィン等の炭化水素油、イソプロピルミリステート、セチルイソオクタノエート、グリセリルトリオクタノエート等のエステル油、デカメチルペンタシロキサン、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン等のシリコーン油等があげられる。

本発明においては、シリコーン系油分が好適に用いられるが、特に使用感や製剤上の観点から常圧における沸点が200℃以下のものが好適である。例えば、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン等の鎖状ポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、テトラメチルテトラハイドロジェンシクロテトラシロキサン等の環状ポリシロキサン等が挙げられる。この中で、低重合度ジメチルポリシロキサン（重合度3～7）等の揮発性鎖状ポリシロキサンや、デカメチルシクロペンタシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン等の環状揮発性ポリシロキサン等の揮発性シリコーン油を用いた場合には、通常のシリコーン油の比較して皮膚に塗布した際にオイル感が残りにくく、さっぱりとした使用感が求められる場合には特に好適である。

本発明の分散体において、疎水性分散媒の配合量は適宜選択することができるが、好ましくは分散体全量に対して40～95重量%、特に好ましくは50～8

0重量%である。分散媒の配合量が少ない場合には、高剪断力を付加する際に過大な負荷がかかる場合があり、また分散媒が多い場合には相対的に粉体の割合が低くなり、疎水化粉体分散体としての意味が低くなる。

界面活性剤

本発明において好適に用いられる界面活性剤は、有機変性粘土鉱物を分散媒に対して良好に分散させることのできるものであれば、特に限定されるものではない。例えばソルビタンセスキイソステアレート、ソルビタンジイソステアレート、ソルビタンセスキオレート、ソルビタンジオレート、グリセリルジオレート、グリセリルジイソステアレート、ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンなどが挙げられる。分散媒としてシリコーン系分散媒を用いる場合にはポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体などのシリコーン系界面活性剤を用いることが好ましい。

本発明にかかる界面活性剤は、分散体中0.1～5重量%程度が好ましく、これより少ないと有機変性粘土鉱物の分散・膨潤が不十分になる可能性があり、またこれより多くても添加効果の向上は認められない場合が多い。

未疎水化粉体

本発明における未疎水化粉体は、化粧品製造に用いられる、粉体表面が親水性の粉体を広く意味する。

本発明における上記粉末成分としては、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、群青、酸化セリウム、タルク、マイカ、セリサイト、カオリン、シリカ、ステアリン酸亜鉛、含フッ素金雲母、合成タルク、硫酸バリウム、炭酸マグネシウム、チッ化ホウ素、チタン酸塩などの無機粉末、酸化チタン、酸化亜鉛などの無機白色顔料、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、カーボンブラック、チタンブラック、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット、群青、紺青などの無機有色顔料、酸化チタンコーテッドマイカ、酸化チタンコーテッドタルク、着色酸化チタンコーテッドマイカ、オキ

シ塩化ビスマス、魚鱗箔などのパール顔料、アルミナなどの金属粉末顔料が挙げられる。

また、本発明において、アルミニウム、ケイ素、チタン、ジルコニウム、マグネシウムあるいは亜鉛などの酸化物または含水酸化物で被覆された有機、無機の粉体を用いることも可能である。

また、他元素をドーピングした粉末や2種以上の金属の複合体酸化物等も用いられる。

さらに、粉末成分として、テトラエトキシシランを酸化亜鉛に対し10～30重量%被覆し、1～3nmのシリカ層を形成した酸化亜鉛粉体を用いることも好適である。

本発明の分散体は、紫外線防御粉体に特に有効である。紫外線防御粉体としては、酸化亜鉛、酸化鉄、酸化セリウム、チタン酸塩などが挙げられる。

また、本発明の分散体が紫外線防御効果に優れた微粒子粉末に特に有効であることを考慮すると、平均粒子径が0.001～0.5μmの微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化鉄赤、微粒子酸化鉄黄、微粒子酸化鉄黒、微粒子コバルトブルー等が挙げられる。微粒子粉末は通常の粉末より紫外線防御効果、透明感等に優れていることが知られている。

これらの1種以上を分散体中に5～50重量%、特に好ましくは10～35重量%を含有せしめることが好適である。5重量%以下では微粒子粉末の効果が發揮できないことがあり、40重量%以上では高剪断力付加に過大な負荷がかかる場合がある。

粉体被覆剤

本発明において好適に用いられる粉体被覆剤は、特に限定されるものではないが、前記非水溶媒に分散可能なものであり、特にシリコーン系化合物であるジメチルポリシロキサン・メチル（ポリオキシアルキレン）シロキサン重合体、トリメチルシロキシケイ酸、カルボキシ変性シリコーンオイル、アミノ変性シリコーンオイルなどが上げられる。これらのシリコーン系粉体被覆剤は、粉体の1～4

0重量%、好ましくは5～30重量%配合することが好適である。

媒体ミル処理

本発明においては、前記必須成分中で粉体が一次粒子ないしそれに近い状態にまで分散させるように媒体ミル処理をおこなう必要があり、この媒体ミル処理をおこなうためにはバッチ式、連続式横型、縦形、アニュラー型等の媒体ミル等を用いることが好適である。

本発明の製造方法において特に好適に用いられる分散装置であるバッチ式の媒体ミルは、前記微粒子粉末を含む化粧料の製造方法において述べた。そこで、本発明に用いられる連続式媒体ミルについて説明する。

本発明における連続式媒体ミルは、媒体ミル部と、予備攪拌槽を別個にもつてある。そして、媒体ミル部は、容器内にビーズのような固形分散媒体を充填し、さらに容器内を攪拌する攪拌装置をもっている。予備攪拌槽は、攪拌装置をもつてある。予備攪拌槽と媒体ミル部は、粉体を含む流体が通る配管によってつながっている。したがって、粉体を含む化粧料原料を投入すると、予備攪拌槽で攪拌され、つぎに媒体ミル部に送られる。媒体ミル部で容器内を攪拌すると、粉体と共に固形分散媒体も攪拌される。そしてさらに攪拌された固形分散媒体により、粉末成分の凝集粒子を粉碎・分散することができる。連続式媒体ミルは、必要に応じて、媒体ミル部と予備攪拌槽を循環させることができる。その結果、連続式媒体ミルでは、1つの装置内で粉体の疎水化処理工程を含めた化粧料の製造が可能となる。

つぎに、本発明に好適に用いられる連続式媒体ミルについて詳細に説明する。図2は予備攪拌槽付属の連続式媒体攪拌ミルの一例を示している。図2示される連続式の媒体攪拌ミル装置は、モーター36の回転により攪拌が可能なビーズ40の入った媒体ミル部30と、モーター38の回転によりディスパー42により攪拌が可能な予備攪拌槽32をポンプ34を介して配管により連結され粉体を含む液体が循環できる装置である。

まず、粉体を含む原料は予備攪拌装置32にてディスパー42により予備混合

され混合液となされた後、ポンプ34により配管により連結された媒体攪拌ミル30内に流入する。

媒体ミル部30内に流入した混合液は高速回転する攪拌回転子により、粉体成分中の種々の粉体凝集粒子を固形分散媒体（ビーズ）40が碎いて粉碎・分散した後、ポンプ34により再び予備攪拌槽32へと送られる。

連続式の媒体攪拌ミルとは、このようにして粉体の分散を均一にする工程を有する装置である。予備攪拌槽における攪拌時間、媒体攪拌ミルにおける攪拌時間及び本装置のPass数は、適宜必要に応じて決めることができる。

また、本発明に好適に用いられる予備攪拌槽の攪拌装置としては、通常の化粧料製造等に好適な攪拌装置を用いることができるが、回転する棒の先にタービン型の回転翼を取り付けたディスパーまたはホモジナイザーを用いることが特に好適である。ディスパー羽根とかき取り羽根の付いた2軸タイプのディスパーも好適に用いることができる。

次に本発明の疎水化粉体分散体を得る工程とそれを含む化粧料の製造方法について、より具体的に例を示して説明する。

疎水化粉体分散体を得る工程と化粧料の製造方法

タンク内に攪拌装置を有したバッチ式媒体攪拌ミルを用いた場合、タンク内攪拌装置を有したバッチ式の媒体ミルを用い、シリコーン油などの分散媒と有機変性粘土鉱物、界面活性剤とをタンク内攪拌装置にて混合した後、媒体ミル部であるバスケット部により短時間例えば3～10分間程度分散混合し、その後に酸化チタンなどの未疎水化粉体とトリメチルシロキシケイ酸などの粉体被覆剤を添加し、さらに長時間例えば10分間～10時間程度、高剪断力で分散混合処理する。この間に、前記二酸化チタンはトリメチルシロキシケイ酸により被覆され、疎水化二酸化チタンとなる。その結果、1つのタンク内において、短時間、低成本で疎水化粉体分散体の製造が可能となる。また製造後の洗浄も従来の製造に比べ、大幅に簡単になる。しかもこの媒体ミル中の疎水化粉体分散体にそのまま他の油分、粉体などを加え、所定の金型などに充填成型することにより油性化粧料を得

ることができる。疎水化粉体を含むため、油性ファンデーション等の油性化粧料は、なめらかでさらっとした質感で透明感のある仕上り、さらには高い紫外線防御効果を示すものとすることができる。

また予備攪拌装置が付属した連続式媒体攪拌ミルを用いた場合、シリコーン油などの分散媒などを予備攪拌装置内にて攪拌混合し、その後酸化チタンなどの未疎水化粉体とトリメチルシロキシケイ酸などの粉体被覆剤を予備攪拌槽に添加し、短時間例えば3～10分間程度攪拌混合後、媒体ミル部により長時間例えば10分間～10時間程度、あるいはPass回数3～10回程度、あるいはPass回数3～10分間程度高せん断力・高衝撃力により分散混合処理する。この間に前記酸化チタンなどの未疎水化粉体は、トリメチルシロキシケイ酸により被覆され、疎水化酸化チタンとなる。

なお、疎水化粉体分散体は、未疎水化粉体、粉体被覆剤を有機変性粘土鉱物などとともに当初から分散媒中に添加することによっても得られる。

また、乳化化粧料の製造方法の例を示すと、タンク内攪拌装置を有したバッチ式媒体ミルを用い、油中水型乳化化粧料の場合、上記疎水化粉体分散体を前記同様に調製し、その後水性成分を添加し混合攪拌部によって槽内の分散液を混合しつつ、媒体ミルを用いて乳化を行なうことにより油中水型乳化化粧料を得ることができる。また、上記分散体を調製した後、水性成分を加え、タンク内攪拌装置にて混合・転相した後、媒体ミル部であるバスケット部により分散混合し、その後油性成分を添加し混合攪拌部によって槽内の分散液を混合しつつ、媒体ミルを用いて乳化を行なうことにより水中油型乳化化粧料を得ることができる。本製造方法によれば、1つの装置において、一貫して、短時間、容易な操作性、低コストで疎水化粉体配合の乳化化粧料の製造が可能となる。しかも、本発明により得られた疎水化粉体を含む乳化化粧料は、分散性に優れているため高い紫外線防御効果を示し、媒体ミルにより乳化しているため滑らかでクリーミーな質感を示すものとすることができる。

その他の成分

なお、本発明において、化粧料を調製する場合には、前記疎水化粉体分散体に対してさらに油性成分を加えることができる。このような油性成分としては、化粧品製造に用いられる油性成分であれば特に限定されるものではなく、例えばセチルイソオクタノエート、グリセリルトリヘキサノエート、イソプロピルミリステート等のエステル油、ワセリン、流動パラフィン、スクワラン等の炭化水素系油分、ヒマシ油、オリーブ油、椿油、ホホバ油、ラノリン等の天然動植物油などを組合させて用いる。

本発明において固型の油性化粧料を製造する際には固形剤としてはワックス成分を配合せしめることが好適である。固形剤のワックス成分としては、マイクロクリスタリンワックス、カルナバロウ、キャンデリラロウ、ポリエチレンワックス、セレシンワックスなどを組合させて用いることができる。ワックス成分は合計3～25重量%含有せしめることが好適である。

本発明における水性成分としては、グリセリンなどの多価アルコール、エチルアルコールなどの水溶性物質、水等が挙げられる。

本発明における化粧料には、更に、界面活性剤、分散剤、安定化剤、着色剤、防腐剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、保湿剤、香料等も本発明の目的を達する範囲内で適宜配合することができる。

用途

本発明の製造方法は例えば、アイライナーペンシル、アイブロウペンシル、油性ファンデーション、油性スティックファンデーション、油性アイカラーなどの油性化粧料、乳化サンスクリーン、乳化ファンデーションなどの乳化化粧料の製造に適用される。

その他の効果

また、本発明にかかる分散体を配合した化粧料は、前記高分散された紫外線防御性粉体による優れた紫外線遮蔽効果に加え、使用感、耐水性、耐油性が良好で、乳化安定性や薬剤安定性にも優れるという利点を有する。

以下、本発明の疎水化粉体を得る工程とそれを含む化粧料の製造方法を具体的な例を用いて説明する。本発明者らは、化粧料における粉体の疎水化処理方法について検討した。まず、本発明者らは各種製造方法により疎水化粉体分散体を調製し、その評価を行った。結果を表23に示す。

[表23]

分散体	試験例	試験例	試験例	試験例	試験例
	6	7	8	9	10
揮発性シリコーン	61	61	60	60	60
メチルポリシロキサン	5	5	5	5	5
ポリオキシエチレン-メチルポリシロキサン共重合体	1	1	1	1	1
有機変性ペントナイト	0	0	1	1	1
微粒子酸化亜鉛	25	25	25	25	25
トリメチルシロキシケイ酸	8	8	8	8	8
製造方法	A	B	A	B	C
分離 製造直後 (室温)	A	A	A	A	A
4週間後 (室温)	B	B	A	A	C
粘度 製造直後 (室温)	480	520	650	710	155
4週間後 (室温)	300	280	410	380	60

なお、分離に関しては、以下の基準に従った。

A : 粉末の沈降がほとんど認められない。
B : 粉末の沈降は認められるが、容易に再分散が可能
C : 粉末が沈降し、ケーキングにより再分散が困難

製造方法A : 全成分を混合し、55分間媒体ミルにより分散させる。

製造方法B : 振発性シリコーン、メチルポリシロキサン、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、有機変性ベントナイトをプレミックス（媒体ミル5分間）し、これに対して粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を添加、媒体ミルにより50分間分散させる。

製造方法C : 振発性シリコーン、メチルポリシロキサン、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、有機変性ベントナイトをプレミックス（ディスパー5分間）し、これに対して微粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を添加、通常化粧品製造に用いられるディスパーにより50分間分散させる。

前記表23より明らかなように、有機変性粘土鉱物を用いない場合（試験例6, 7）には、いずれの方法によっても微粒子酸化亜鉛はほとんど疎水化されておらず、経時により分離、粘度の低下を生じた。また、剪断力の低い通常のディスパーを分散処理に用いた場合（試験例10）にも、有機変性粘土鉱物の添加にもかかわらず、安定性は低いものであった。これに対し、有機変性粘土鉱物を用いた系で微粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を添加し高剪断力を媒体ミルにより与えた場合（試験例8, 9）には、優れた安定性を示し、特にあらかじめ有機変性粘土鉱物によるゲルを形成し、これに微粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を添加した場合（試験例9）には、極めて高い安定性を示した。

次に本発明者らは試験例6～10の分散体を用いて油中水型乳化組成物の調製とその評価をおこなった。結果を次の表24に示す。

[表24]

試験例 1 1 1 2 1 3 1 4 1 5

分散体	試験例 6	6 0				
	7	6 0				
	8		6 0			
	9			6 0		
	10				6 0	
ナイロン粉末		5	5	5	5	5
オクルメキシシナメト		7	7	7	7	7
ポリオキシエチレン-メチルポリシロキサン共重合体		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
イソステアリン酸		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
保湿剤		5	5	5	5	5
イオン交換水		残部	残部	残部	残部	残部
粘度	製造直後 (室温)	675	810	1040	1160	310
	4週間後 (室温)	540	660	930	1070	205
滑らかさ		B	B	B	B	D
粉っぽさ		B	B	B	B	D
均一な仕上がり		C	C	B	B	D
塗布時の白さ		C	C	B	B	D
S P F		41	43	49	51	30

官能評価により滑らかさ、粉っぽさ、均一な仕上がり、透明感を評価し、さらにS P Fの測定をおこなった。評価基準は以下の通りである。

評価基準

20名の女性パネラーに試料を塗布し、なめらかさ、粉っぽさ、均一な仕上り、透明感について評価した。

(評価)

17名以上が良いと回答	A
12名～16名が良いと回答	B
9名～11名が良いと回答	C
5名～8名が良いと回答	D
4名以下が良いと回答	E

調製は、各分散体に対しナイロン粉末、オクチルメトキシシンナメート、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、イソステアリン酸を添加し、ディスパーで2分間、攪拌・混合し、さらに保湿剤、イオン交換水を添加してさらにディスパーで2分間攪拌・混合した。これらの油中水型サンスクリーン剤について、官能評価により滑らかさ、粉っぽさ、均一な仕上がり、塗布時の白さを評価し、さらにSPFの測定をおこなった。

前記表24より明らかなように、微粒子酸化亜鉛が疎水化されていないと思われる試験例11, 12, 15については、安定性が低いばかりでなく、化粧料としての評価も低いものであった。これに対し、本発明にかかる化粧料（試験例13, 14）はいずれも優れた効果を示した。本試験では疎水化処理をしていない未処理酸化亜鉛を用いているため、疎水化が不十分だと粉末が凝集し、SPFも低いものになる。

以上の表23及び24の結果より、本発明にかかる分散体は、単に微粒子酸化亜鉛の分散性が向上しているのみではなく、微粒子酸化亜鉛表面が被覆剤により疎水か被覆されていることを示しており、また微粒子酸化亜鉛をトリメチルシリキシケイ酸により疎水化被覆するには、有機変性粘土鉱物の存在と媒体ミル等の高剪断力の付加が必要であることが理解できる。

次に本発明者らは分散体を製造する際の有機変性粘土鉱物の添加量について検

討をおこなった。表25に結果を示す。

[表25]

分散体	試験例	16	17	18	19	20	21	22	23
揮発性シリコーン		61.0	60.9	60.5	60.0	59.5	58.0	56.0	54.0
メチルポリシロキサン		5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
ポリオキシエチレン-メチルポリシロキサン共重合体		1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
有機変性ベントナイト		0	0.1	0.5	1.0	1.5	3.0	5.0	7.0
微粒子酸化亜鉛		25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0
トリメチルシロキシケイ酸		8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
媒体ミルによる製造		B	A	A	A	A	A	B	C

製造適性に関しては、次の基準により評価した。

A：媒体攪拌ミルでの粉末の分散が十分に可能

B：粘度の上昇または粉末の凝集により媒体攪拌ミルでの粉末の分散がやや悪い

C：粘度の上昇により媒体攪拌ミルでの分散が不可能

前記表25より明らかなように、有機変性粘土鉱物は0.1%程度の添加から効果が観察されるが、7%になるとむしろ粘度が高くなりすぎるため好ましくない。

従って、有機変性粘土鉱物の添加量は媒体ミルにかける際に0.1重量%～5重量%、特に好ましくは0.5～3.0重量%である。

次に本発明者らは粉体の添加量について検討をおこなった。結果を次の表26

に示す。

[表 26]

分散体	試験例	24	25	26	27	28	29	30	31	32
揮発性シリコーン		86.4	79.8	73.2	66.6	60.0	53.4	40.2	27.0	13.8
メチルポリシロキサン		5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
ポリオキシエチレン-メチルポリシロキサン共重合体		1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
有機変性ベントナイト		1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
微粒子酸化亜鉛		5.0	10.0	15.0	20.0	25.0	30.0	40.0	50.0	60.0
トリメチルシロキシケイ酸		1.6	3.2	4.8	6.4	8.0	9.6	12.8	16.0	19.2
媒体ミルによる製造		A	A	A	A	A	A	B	C	C
粘度 製造直後 (室温)		45	50	210	445	710	990	4350	12600	65100
4週間後 (室温)		25	25	95	280	380	475	3860	10800	61400

上記表 26 より明らかなように、粉体の添加量が 50 %になると、調製時の粘度が上がりすぎ、媒体ミルにかかる付加も著しく高くなるため、好ましくない。一方、粉体の添加量が少ない場合には、安定性などに影響はほとんどないが、他の組成物に疎水化粉体を効率的に供給することを考慮すると、5 ~ 50 重量%程度にすることが好適である。

つぎに本発明者らは、前記技術をふまえて疎水化処理工程と、乳化工程を一貫して行う化粧料の製造方法を検討した。

まず、本発明者らは以下に示す製造方法により疎水化粉体を含む乳化化粧料を調製し、経時での安定性を調べた。また官能評価により滑らかさ、粉っぽさ、均

一仕上がり、透明感を評価し、さらにS P F の測定をおこなった。評価基準は前記の通り。

結果を表 27 に示す。

[表 27]

サンスクリーン	試験例			
	3 3	3 4	3 5	3 6
油相部				
揮発性シリコーン	36	36	36	36
メチルポリシロキサン	3	3	3	3
ポリオキシエチレン-メチルポリシロキサン				
共重合体	0.6	0.6	0.6	0.6
有機変性ベントナイト	0.6	0.6	0.6	0.6
微粒子酸化亜鉛	15	15	15	15
トリメチルシロキシ珪酸	4.8	4.8	4.8	—
添加成分				
ナイロン粉末	5	5	5	5
カチルメキシングメート	7	7	7	7
ポリオキシエチレン-メチルポリシロキサン				
共重合体	0.5	0.5	0.5	0.5
イソステアリン酸	0.5	0.5	0.5	0.5
水相部				
保湿剤	5	5	5	5
イオン交換水	残部	残部	残部	残部
分離				
製造直後	A	A	A	C
1ヶ月後	A	A	B	D

滑らかさ	A	B	C	C
粉っぽさ	A	B	D	C
均一な仕上がり	A	A	C	D
透明感	A	A	C	C
S P F	48	46	36	33

製造方法(試験例3 3)：揮発性シリコーン、メチルポリシロキサン、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、有機変性ベントナイトをプレミックス（媒体攪拌ミル5分間）し、これに対して微粒子酸化亜鉛、トリメチルシリキシケイ酸を添加、媒体攪拌ミルにより50分間分散させる（油相部）。これに続き同じタンク内の油相部に対し、ナイロン粉末、オクチルメトキシシンナメト、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、イソステアリン酸を添加し、ディスパーで5分間、攪拌・混合し、さらに保湿剤、イオン交換水を添加してさらにディスパーで5分間攪拌・混合後、媒体攪拌ミルにて5分間乳化させた。

製造方法(試験例3 4)：揮発性シリコーン、メチルポリシロキサン、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、有機変性ベントナイトをプレミックス（媒体攪拌ミル5分間）し、これに対して微粒子酸化亜鉛、トリメチルシリキシケイ酸を添加、媒体攪拌ミルにより50分間分散させる（油相部）。これに続き同じタンク内の油相部に対し、ナイロン粉末、オクチルメトキシシンナメト、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、イソステアリン酸を添加し、ホモジナイザーで5分間、攪拌・混合し、さらに保湿剤、イオン交換水を添加してさらにホモジナイザーで5分間攪拌・混合し乳化させた。

製造方法(試験例3 5)：揮発性シリコーン、メチルポリシロキサン、ポリオキ

シエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、有機変性ベントナイトをプレミックス（ディスパー5分間）し、これに対して微粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を添加、通常化粧品製造に用いられるディスパーにより50分間分散させる（油相部）。これに続き同じタンク内の油相部に対し、ナイロン粉末、オクチルメトキシシンナメート、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、イソステアリン酸を添加し、ディスパーで5分間、攪拌・混合し、さらに保湿剤、イオン交換水を添加してさらにディスパーで5分間攪拌・混合した。

製造方法（試験例36）：試験例33に準じた。

前記表27より明らかなように、微粒子酸化亜鉛が十分疎水化されていないと思われる試験例35及び全く疎水化されていない試験例36については、安定性が低く、化粧料としての評価は低いものであった。これに対し、本発明にかかる化粧料（試験例33、34）は安定性に優れ、粉体の分散もよいので化粧料の評価にも優れた効果を示した。

表27の結果より、本発明にかかる乳化化粧料は、単に微粒子酸化亜鉛の分散性が向上しているのみではなく、微粒子酸化亜鉛表面が被覆剤により疎水化被覆されていると考えられ、また微粒子酸化亜鉛をトリメチルシロキシケイ酸により疎水化被覆するには、媒体攪拌ミルによる分散が必要であることが理解できる。

以下、さらに本発明の疎水化処理工程を含む乳化化粧料の製造方法の実施例を挙げる。

実施例19 油中水型日焼け止め化粧料

（方法①）

油相部の揮発性シリコーン、メチルポリシロキサン、有機変性粘土鉱物をバッチ式媒体攪拌ミル中のディスパーでにて5分間分散後、微粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を添加してディスパーにて5分間分散後、媒体ミル部で30分間分散した。その後添加成分、水相部を添加しディスパーにて5分間分散後、

5分間媒体ミル部にて分散し乳化した。

(方法②)

油相部の揮発性シリコーン、メチルポリシロキサン、有機変成粘土鉱物を予備攪拌槽が付属した連続式媒体攪拌ミルの予備攪拌槽中のディスパーにて5分間分散後、微粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を添加しディスパーにて5分間分散後、媒体ミルで5回Passして分散した。その後添加成分、水相部を予備攪拌槽に添加しディスパーにて5分間分散後、媒体ミル部にて1Passし分散、乳化した。

(油相部)

揮発性シリコーン	30
メチルポリシロキサン	5
ポリオキシチレーニルポリシロキサン共重合体	0.3
有機変性ベントナイト	0.3
微粒子酸化亜鉛（未処理品）	1.5
トリメチルシロキシケイ酸	4.5

(添加成分)

シリコーン樹脂粉末	3
オクチルメトキシシンナメート	7.5
ポリオキシチレーニルポリシロキサン共重合体	1.2
イソステアリン酸	0.5
香料	適量

(水相部)

保湿剤	5
防腐剤	適量
イオン交換水	100

(方法①)

油相部の揮発性シリコーン、メチルポリシロキサン、有機変性粘土鉱物をバッチ式媒体攪拌ミル中のディスパーでにて5分間分散後、微粒子酸化チタン、トリメチルシロキシケイ酸を添加してディスパーにて5分間分散後、媒体ミル部で30分間分散した。その後添加成分、水相部を添加しディスパーにて5分間分散後、10分間媒体ミル部にて分散し乳化した。

(方法②)

油相部の揮発性シリコーン、メチルポリシロキサン、有機変性粘土鉱物を予備攪拌槽が付属した連続式媒体攪拌ミルの予備攪拌槽中のディスパーにて5分間分散後、微粒子酸化チタン、トリメチルシロキシケイ酸を添加しディスパーにて5分間分散後、媒体ミルで3回Passして分散した。その後添加成分、水相部を予備攪拌槽に添加しディスパーにて5分間分散後、媒体ミル部にて2Passし分散、乳化した。

(油相部)

揮発性シリコーン	20
メチルポリシロキサン	15
ポリオキシチレン-メルポリシロキサン共重合体	1
有機変性ベントナイト	1
微粒子酸化チタン(アルミニウム処理品)	5
トリメチルシロキシケイ酸	1.5

(添加成分)

ナイロン粉末	3
シリコーン処理タルク	10
シリコーン処理酸化チタン	8
シリコーン処理黄酸化鉄	2
シリコーン処理赤酸化鉄	1
シリコーン処理黒酸化鉄	0.5
ポリオキシチレン-メルポリシロキサン共重合体	1.5

イソステアリン酸 (水相部)	0.5
保湿剤	8
防腐剤	適量
イオン交換水	to 100

実施例 21 油中水型乳化ファンデーション

(方法①)

油相部の揮発性シリコーン、メチルポリシロキサン、有機変性粘土鉱物をバッチ式媒体攪拌ミル中のディスパーでにて5分間分散後、微粒子酸化チタン、色材、体质顔料、トリメチルシロキシケイ酸を添加してディスパーにて5分間分散後、媒体ミル部で30分間分散した。その後添加成分、水相部を添加しディスパーにて5分間分散後、5分間媒体ミル部にて分散し乳化した。

(方法②)

油相部の揮発性シリコーン、メチルポリシロキサン、有機変性粘土鉱物を予備攪拌槽が付属した連続式媒体攪拌ミルの予備攪拌槽中のディスパーにて5分間分散後、微粒子酸化チタン、色材、体质顔料、トリメチルシロキシケイ酸を添加しディスパーにて5分間分散後、媒体ミルで3回Passして分散する。その後添加成分、水相部を予備攪拌槽に添加しディスパーにて5分間分散後、媒体ミル部にて2Passし分散、乳化した。

(油相部)

揮発性シリコーン	20
メチルポリシロキサン	15
ポリオキシエチレン-メチルポリシロキサン共重合体	1
有機変性ベントナイト	1
微粒子酸化チタン (アルミニウム処理品)	5
酸化チタン	8
黄酸化鉄	2

赤酸化鉄	1
黒酸化鉄	0.5
タルク	10
トリメチルシロキシケイ酸	4.5
(添加成分)	
ナイロン粉末	3
ポリエチレン-メルポリシロキサン共重合体	1
(水相部)	
保湿剤	8
防腐剤	適量
イオン交換水	100

実施例22 油中水型乳化ファンデーション

(方法①)

油相部の揮発性シリコーン、メチルポリシロキサン、微粒子酸化チタン、色材、体质顔料、トリメチルシロキシケイ酸をバッチ式媒体攪拌ミル中のディスパーでにて5分間分散後、媒体ミル部で30分間分散した。その後添加成分、水相部を添加しディスパーにて5分間分散後、5分間媒体ミル部にて分散し乳化した。

(方法②)

油相部の揮発性シリコーン、メチルポリシロキサン、微粒子酸化チタン、色材、体质顔料、トリメチルシロキシケイ酸を予備攪拌槽が付属した連続式媒体攪拌ミルの予備攪拌槽中のディスパーにて5分間分散後、媒体ミルで3回Passして分散した。その後添加成分、水相部を予備攪拌槽に添加しディスパーにて5分間分散後、媒体ミル部にて2Passし分散、乳化した。

(油相部)

揮発性シリコーン	20
メチルポリシロキサン	15
微粒子酸化チタン (アルミニウム処理品)	5

有機変性ペントナイト	1
酸化チタン	8
黄酸化鉄	2
赤酸化鉄	1
黒酸化鉄	0.5
タルク	1.0
トリメチルシリコキシケイ酸	4.5
(添加成分)	
ナイロン粉末	3
ポリオキシエチレン-メルポリシオキサン共重合体	2
セスキイリスチアリン酸リビタン	1
(水相部)	
保湿剤	8
防腐剤	適量
グルタミン酸ナトリウム	2
イオン交換水	to 100

本発明の疎水化処理工程を含む乳化化粧料の製造方法においては、次の実施例23のように有機変性粘土鉱物を含まない製造方法も可能である。しかしながら、より化粧料の安定性を望むならば、前記有機変性粘土鉱物を含む製造方法が好ましい。

実施例23 油中水型乳化ファンデーション

(方法①)

油相部の揮発性シリコーン、メチルポリシオキサン、微粒子酸化亜鉛、トリメチルシリコキシケイ酸をバッヂ式媒体攪拌ミル中のディスパーでにて5分間分散後、媒体ミル部で30分間分散する。その後添加成分、水相部を添加しディスパーにて5分間分散後、5分間媒体ミル部にて分散し乳化する。

(方法②)

油相部の揮発性シリコーン、メチルポリシロキサン、微粒子酸化亜鉛、トリメチルシロキシケイ酸を予備攪拌槽が付属した連続式媒体攪拌ミルの予備攪拌槽中のディスパーにて5分間分散後、媒体ミルで5回Passして分散する。その後添加成分、水相部を予備攪拌槽に添加しディスパーにて5分間分散後、媒体ミル部にて1Passし分散、乳化する。

(油相部)

揮発性シリコーン	3 0
メチルポリシロキサン	5
微粒子酸化亜鉛（未処理品）	1 5
トリメチルシロキシケイ酸	4. 5

(添加成分)

シリコーン樹脂粉末	3
オクチルメトキシシンナメート	7. 5
ポリオキシエチレンメチルポリシロキサン共重合体	1
イソステアリン酸	0. 5
香料	適量

(水相部)

保湿剤	5
防腐剤	適量
グルタミン酸ナトリウム	1
イオン交換水	to 1.00

〈口紅の製造方法〉

つぎに、本発明者らは、着色剤の粉末成分を含む口紅の製造方法について検討した。以下、本発明の口紅の製造方法について説明する。

バッチ式媒体ミル

本発明の口紅の製造方法に用いられる分散装置であるバッチ式の媒体ミルは、

前記の通りである。

口紅の製造方法

本発明にかかる口紅の製造方法の具体的な例を示せば、タンク内攪拌装置としてディスパーを有したバッチ式の媒体ミルを用い、油性成分と着色剤粉末とをディスパーにて混合した後、媒体ミル部であるバスケット部により分散混合し、固体剤が必要な場合はその後ワックスを添加し、加熱融解し、所定の金型などに充填成型することにより固体の口紅を得る方法が挙げられる。本口紅の製造方法によれば、一つのタンク内において、短時間、低成本で口紅の製造が可能となる。また製造後の洗浄も従来の媒体ミルを用いた製造に比べ、大幅に簡単にすることができる。そして、本発明により得られた口紅は、着色剤粉末の粉碎・分散に優れているため口紅はつやに優れのびが軽く発色に優れ、おれにくい性質を示す。

着色剤の粉末成分

本発明における口紅の着色剤粉末成分としては、酸化チタン、酸化亜鉛、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、群青、酸化セリウム、タルク、マイカ、セリサイト、カオリン、シリカ、ステアリン酸亜鉛、含フッ素金雲母、合成タルク、硫酸バリウム、炭酸マグネシウム、チッ化ホウ素などの無機粉末、ナイロン粉末、ポリエチレン粉末、シリコーン粉末、シリコーン弹性粉末、ポリウレタン粉末、セルロース粉末、PMMA粉末、ポリエチレン粉末などの有機粉末成分、酸化チタン、酸化亜鉛などの無機白色顔料、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、カーボンブラック、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット、群青、紺青などの無機有色顔料、酸化チタンコーテッドマイカ、酸化チタンコーテッドタルク、着色酸化チタンコーテッドマイカ、オキシ塩化ビスマス、魚鱗箔などのパール顔料、アルミニウムなどの金属粉末顔料、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色228号、赤色305号、橙色203号、橙色204号、黄色205号、黄色401号、および青色404号や、さらに赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色227号、赤色230号、赤色

401号、赤色505号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、および黄色203号などのジルコニウム、バリウムまたはアルミニウムレーキなどの有機顔料が挙げられる。また、上記の着色剤粉末成分にシリコーンやフッ素、テフロン、脂肪酸、脂肪酸セッケン、ラウロイルリジン等の表面処理を施した等を用いることができる。口紅を製造する際、これらの1種以上を1~60重量%含有せしめることが好適である。

着色剤の微粒子粉末成分

本発明における着色剤の粉末成分としては、平均粒子径が0.005~0.5μmの微粒子着色剤粉末を用いることもできる。このような微粒子着色剤粉末としては、微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化鉄赤、微粒子酸化鉄黄、微粒子酸化鉄黒、微粒子コバルトブルー等が挙げられる。微粒子着色剤粉末は通常の着色剤より透明感など色調に優れていることが知られている。微粒子着色剤を配合する場合、これらの1種以上を着色剤成分1~60重量%のうち、1~20重量%を含有せしめることが好適である。1重量%以下では微粒子着色剤の発色が不充分なことがあり、20重量%以上では微粒子着色剤粉末の比表面積が大きいため油性成分への濡れが悪く粉っぽい質感や成型不良となることがある。

油性成分

本発明における油性成分としては、前記微粒子粉末成分を含む化粧料の製造方法に記載のものを用いることができる。油性成分として合計25~90重量%含有せしめることが好適である。

ワックス成分

本発明において固形の口紅を製造する際には固形剤としてワックス成分を配合せしめることが好適である。固形剤のワックス成分としては、マイクロクリスタリンワックス、カルナバロウ、キャンデリラロウ、ポリエチレンワックス、セレンシングワックスなどを組合わせて用いることができる。これらワックス成分を添加

し、口紅とする場合は合計3～25重量%含有せしめることが好適である。

その他の成分

本発明における口紅化粧料には、更に、界面活性剤、分散剤、安定化剤、その他の着色剤、防腐剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、香料等も本発明の目的を達する範囲内で適宜配合することができる。

以下、実施例によって本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

本発明は、例えば着色剤粉末成分1～60重量%と油性成分25～90重量%、所望によりワックス成分3～25重量%を含有する口紅の製造に好適に用いることができる。

以下により具体的な実施例について示す。なお、実用特性の評価については後述のとおりである。

実用特性評価

20名の女性パネラーに試料を塗布し、のび及びつや、おれにくさ、一部透明感について評価した。

(評価)

17名以上が良いと回答	A
12名～16名が良いと回答	B
9名～11名が良いと回答	C
5名～8名が良いと回答	D
4名以下が良いと回答	E

口紅における色調（彩度・明度）の評価

溶融した口紅基剤をガラスセルに流し込み、冷却固化後、分光光度計にて測色した。

実施例24、比較例17 油性口紅

表28に実施例24として、油性口紅を本発明の製造法にて製造した。下記の処方中の着色剤粉末成分とオイル成分とをバッヂ式媒体ミルに付設されたディスパーにて10分間混合し、その後1mmのジルコニアビーズを内蔵したバスケット部を駆動させて30分間分散・混合した。さらにワックス成分を添加し、タンクを加熱し90～95℃まで上昇させた後、溶融状態のまま口紅成型用金型に流し込み、冷却後口紅とした。一方で、比較例17では通常の製造方法で製造した。実施例24と同一処方中の着色剤粉末成分と一部のオイル成分をロールミルにて混練したペースト状のスラリーを、他のオイル成分とワックス成分とを加熱溶解しているタンク中に添加し、ホモジナイザーにて混合した後、実施例24と同様な方法で口紅を成型した。

[表28]

油性口紅	実施例24	比較例17
セレシンワックス	12	12
ポリエチレンワックス	5	5
流動パラフィン	30	30
グリセリルトリオクタノエート	to 100	to 100
グリセリルジステアレート	1.5	1.5
ジメチルポリシロキサン	1.5	1.5
ベンガラ	4	4
黄酸化鉄	0.5	0.5
黒酸化鉄	0.5	0.5
パール剤	5	5
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量

のびの軽さ	A	B
なめらかさ	A	B
おれにくさ	A	B
彩度	6. 2	5. 5
明度	5. 2	4. 7

表28の結果より、バッチ式の媒体ミルを用いた本発明の製造方法による口紅（実施例24）は、黄酸化鉄、黒酸化鉄等の着色剤粉末の分散状態がよいので、使用感および発色（彩度・明度）に優れていることがわかる。これに対して、ホモジナイザー等の通常の分散装置のみにより製造した口紅（比較例17）は、上記着色剤粉末の分散が十分でないため、本発明による口紅より、使用感および発色の面で劣っていることがわかる。

実施例25、比較例18-1、18-2 口紅

表29に実施例25として、微粒子着色剤粉末を配合した口紅を本発明の製造法にて製造した。下記の処方中の着色剤粉末成分と油性成分とをバッチ式媒体ミルに付設されたディスパーにて10分間混合し、その後1mmのジルコニアビーズを内蔵したバスケット部を駆動させて30分間分散・混合した。さらにワックス成分を添加し、タンクを加熱し90～95℃まで上昇させた後、溶融状態のまま口紅成型用金型に流しこみ、冷却後口紅とした。一方で、比較例18-1、18-2では通常の製造方法で製造した。比較例18-1では、実施例25と同一処方中の着色剤粉末成分と油性成分をディスパーにて10分混合したとワックス成分とを加熱溶解しているタンク中に着色剤粉末成分を添加し、ホモジナイザーにて30分分散・混合した後、実施例と同様な方法で口紅を成型した。比較例18-2では、実施例25と同一処方中の着色剤粉末成分を一部のオイル成分とディスパーにて10分混合した後、ロールミルにて粉碎・分散し、得られたペースト状の組成物を他の油性成分とワックス成分とを加熱溶解しているタンク中に添加し、ホモジナイザーにて10分分散・混合した後、実施例25と同様な方法で口

紅を成型した。

[表 2 9]

口紅	実施例	比較例	比較例
	25	18-1	18-2
セレシンワックス	12	12	12
ポリエチレンワックス	3	3	3
流動パラフィン	30	30	30
グリセリルトリオクタノエート	to 100	to 100	to 100
グリセリルジステアレート	15	15	15
ジメチルポリシロキサン	15	15	15
微粒子酸化鉄赤	4	4	4
微粒子酸化鉄黄	2	2	2
微粒子酸化鉄黒	1	1	1
酸化防止剤	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量
のびの軽さ	A	C	B
なめらかさ	A	C	B
おれにくさ	A	C	B
透明感	A	D	C
彩度	8.2	3.9	6.7
明度	4.9	6.7	5.1

表 2 9 の結果より、バッチ式の媒体ミルを用いた本発明の製造方法による口紅（実施例 25）は、微粒子着色剤粉末である微粒子酸化鉄赤、微粒子酸化鉄黄、微粒子酸化鉄黒の分散状態がよいので、使用感、発色（彩度・明度）、透明感に

優れていることがわかる。これに対して、ディスパー、ホモジナイザー等の通常の分散装置のみにより製造した口紅（比較例 18-1 および 18-2）は、上記微粒子着色剤粉末の分散が十分でないため、本発明による口紅より、使用感、発色、透明感の面で劣っており、微粒子着色剤粉末の色材としての性質が生かされていないことがわかる。

請求の範囲

1. 媒体ミルを用いて、粉末成分と、油性成分又は水性成分を分散する工程を含むことを特徴とする化粧料の製造方法。
2. 請求項 1 記載の方法において、固体粉末化粧料を製造する際、粉末成分と結合剤としての油性成分を溶媒中で混合してスラリーとする工程を少なくとも含み、かつ上記混合を媒体ミルを用いて行い、粉末成分の凝集粒子を碎いて一次粒子に近い状態でスラリーとすることを特徴とする化粧料の製造方法。
3. 請求項 2 記載の方法において、スラリーから溶媒を除去し、容器内に充填する工程をさらに含むことを特徴とする化粧料の製造方法。
4. 請求項 2 記載の方法において、スラリーから溶媒を除去し、容器内に充填した後、乾式プレス成形をする工程をさらに含むことを特徴とする化粧料の製造方法。
5. 請求項 2 記載の方法において、スラリーを容器内に充填後、吸引プレス成形する工程をさらに含むことを特徴とする化粧料の製造方法。
6. 請求項 2 記載の方法において、固体粉末化粧料が、粉末成分を 65～97 重量%、油性成分を 3～35 重量% 含有することを特徴とする化粧料の製造方法。
7. 請求項 1 記載の方法において、粉末化粧料を製造する際、媒体ミルを用いて粉末成分と結合剤としての油相成分を溶媒中で混合してスラリーとする工程を少なくとも含み、粉末成分分散時に有機ケイ素樹脂化合物を配合することを特徴とする化粧料の製造方法。

8. 請求項 7 記載の方法において、粉末化粧料が、粉末成分 60～97 重量%、粉体被覆剤 1～20 重量%、油性成分 2～30 重量% 含有し、かつ粉末成分が疎水化され得ることを特徴とする化粧料の製造方法。

9. 請求項 1 記載の方法において、バッチ式媒体ミルを用いて、粉末成分と、油性成分または水性成分を固形分散媒体により分散することを特徴とする化粧料の製造方法。

10. 請求項 9 記載の方法において、粉末成分が平均粒子径 0.005～0.5 μm の微粒子粉末を含むことを特徴とする化粧料の製造方法。

11. 請求項 9 記載の方法において、固形分散媒体が、ガラス、アルミナ、ジルコニア、スチール、フリント石の群から選ばれるビーズであることを特徴とする化粧料の製造方法。

12. 請求項 9 記載の方法において、バッチ式媒体ミルが、1 つ以上の固形分散媒体が収容されバスケット内部を攪拌するバスケット内攪拌装置をもつバスケット部と、1 つ以上の予備混合用と分散液流動用とを兼ね備えたタンク内攪拌装置とを別々に同一タンク内に併設し、

タンク内攪拌装置で予備混合された粉末成分と、油性成分または水性成分の混合液がバスケット部に流入し、バスケット部内の固形分散媒体により粉末成分が分散され、バスケット部外へ分散液として流出し、タンク内攪拌装置により分散液が流動し、再びバスケット部へ一部が流入し循環するように構成され、かつバスケット部を出入りする流体の経路を妨げない位置にタンク内攪拌装置が配置されていることを特徴とする化粧料の製造方法。

13. 請求項 12 記載の方法において、前記バスケット部が側壁または側壁および底壁に固形分散媒体がバスケット部の外側へ流出しない大きさのスリットから

なる小孔を多数持つことを特徴とする化粧料の製造方法。

14. 請求項12に記載の方法において、前記予備混合と分散液流動用とを兼ね備えたタンク内攪拌装置が、回転する棒の先端にタービン型の回転翼を取り付けたディスパー又はホモジナイザー、又はそれらを併用することを特徴とする化粧料の製造方法。

15. 請求項10に記載の方法において、油性化粧料を得る際、バッチ式の媒体ミルを用いて粉末成分を油性成分に分散することを特徴とする化粧料の製造方法。

16. 請求項15記載の方法において、固体油性化粧料を製造する際、バッチ式の媒体ミルを用いて粉末成分を油性成分に分散し、その後固体剤などを添加し、加熱攪拌した後充填成型をすることを特徴とする化粧料の製造方法。

17. 請求項10に記載の方法において、乳化化粧料を製造する際、バッチ式の媒体ミルを用いて粉末成分と油性成分又は水性成分を固体分散媒体により分散し、その後水性成分又は油性成分を加え、媒体ミルにより乳化することを特徴とする化粧料の製造方法。

18. 請求項1記載の方法において、有機変性粘土鉱物と、界面活性剤と、前記有機変性粘土鉱物を界面活性剤の存在下に分散・膨潤し得る疎水性分散媒と、未疎水化粉体と、粉体被覆剤とを混合し、媒体ミルを用いて、前記粉末成分を一次粒子または一次粒子に近い状態まで分散させ、かつ前記粉体表面が疎水化処理される工程を含むことを特徴とする化粧料の製造方法。

19. 請求項18記載の方法において、有機変性粘土鉱物、界面活性剤及び疎水性分散媒とを混合して有機変性粘土鉱物分散物を形成し、前記有機変性粘土鉱物分散物に、未疎水化粉体と、粉体被覆剤とを添加して、

媒体ミルにより混合し、前記粉体表面を疎水化処理される工程を含むことを特徴とする化粧料の製造方法。

20. 請求項18に記載の方法において、媒体ミルで混合する際の有機変性粘土鉱物濃度は、0.1～5重量%であることを特徴とする化粧料の製造方法。

21. 請求項18に記載の方法において、媒体ミルで混合する際の未疎水化粉体濃度は、5～50重量%であることを特徴とする化粧料の製造方法。

22. 請求項18に記載の方法において、粉体被覆剤がトリメチルシロキシケイ酸であることを特徴とする化粧料の製造方法。

23. 請求項18に記載の方法において、未疎水化粉体が紫外線防御粉体であることを特徴とする化粧料の製造方法。

24. 請求項23に記載の方法において、紫外線防御粉体が酸化亜鉛、酸化鉄、酸化セリウム、チタン酸塩の群から選ばれる1種または2種以上であることを特徴とする化粧料の製造方法。

25. 請求項1記載の方法において、乳化化粧料を製造する際、媒体ミルにより油相部に未疎水化粉末成分と粉体被覆剤を分散し疎水化する工程と、これに続き乳化剤と水相部を添加し乳化する工程を1つの装置で一貫して行うことを特徴とする化粧料の製造方法。

26. 請求項25に記載の方法において、装置が1つのタンク内に媒体ミル部と攪拌装置をもつバッチ式の媒体攪拌ミルであることを特徴とする化粧料の製造方法。

27. 請求項25に記載の方法において、装置が媒体ミル部および予備攪拌槽とからなり、媒体ミル部と予備攪拌槽が配管で連結された連続式の媒体攪拌ミルであることを特徴とする化粧料の製造方法。

28. 請求項25に記載の方法において、乳化する工程を媒体ミル部により行うことの特徴とする化粧料の製造方法。

29. 請求項25に記載の方法において、乳化化粧料が油中水型であることを特徴とする化粧料の製造方法。

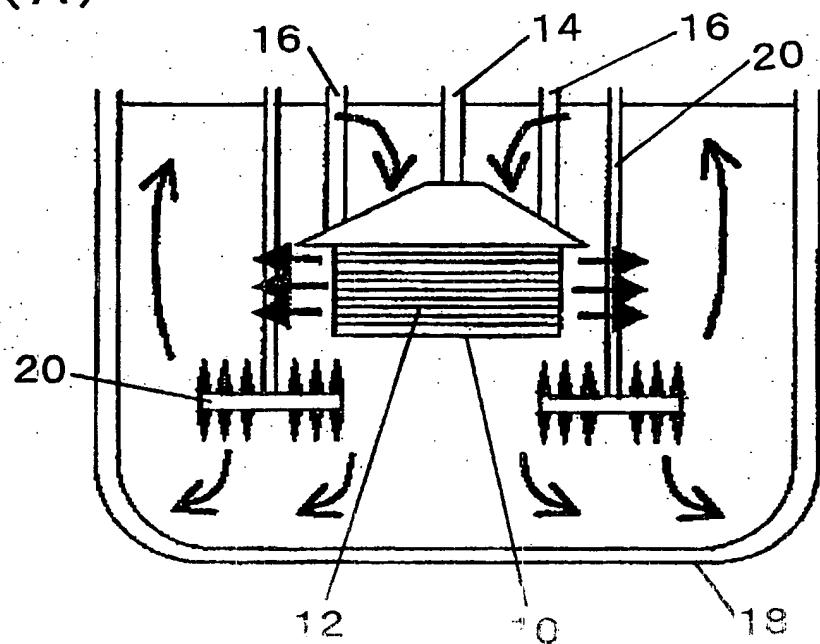
30. 請求項9に記載の方法において、口紅を製造する際、バッチ式媒体ミルを用いて着色剤の粉末成分と油性成分を固形分散媒体により分散することを特徴とする化粧料の製造方法。

31. 請求項30に記載の方法において、固形口紅を製造する際、バッチ式の媒体ミルを用いて着色剤の粉末成分と油性成分を固形分散媒体により分散し、その後固形剤を添加し加熱攪拌した後充填成型をすることを特徴とする化粧料の製造方法。

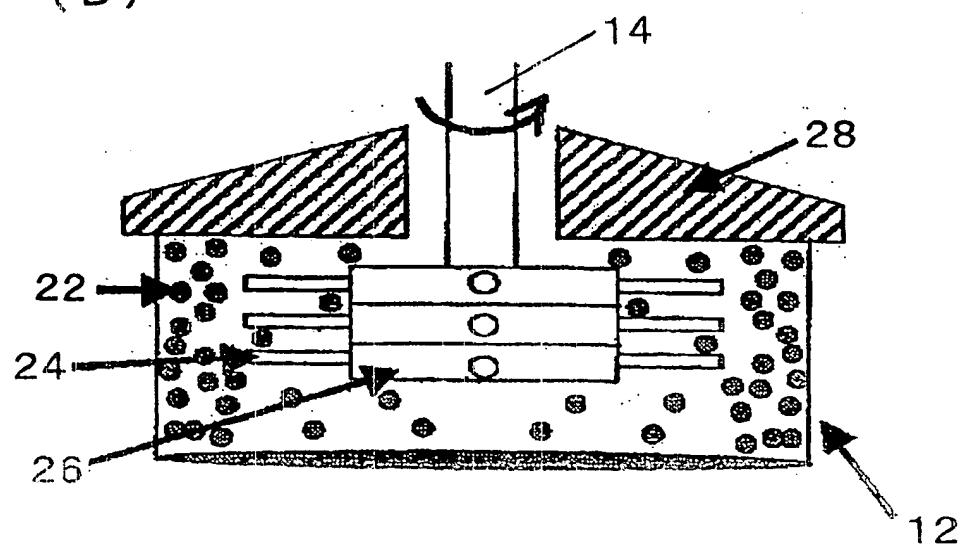
1/2

第1図

(A)

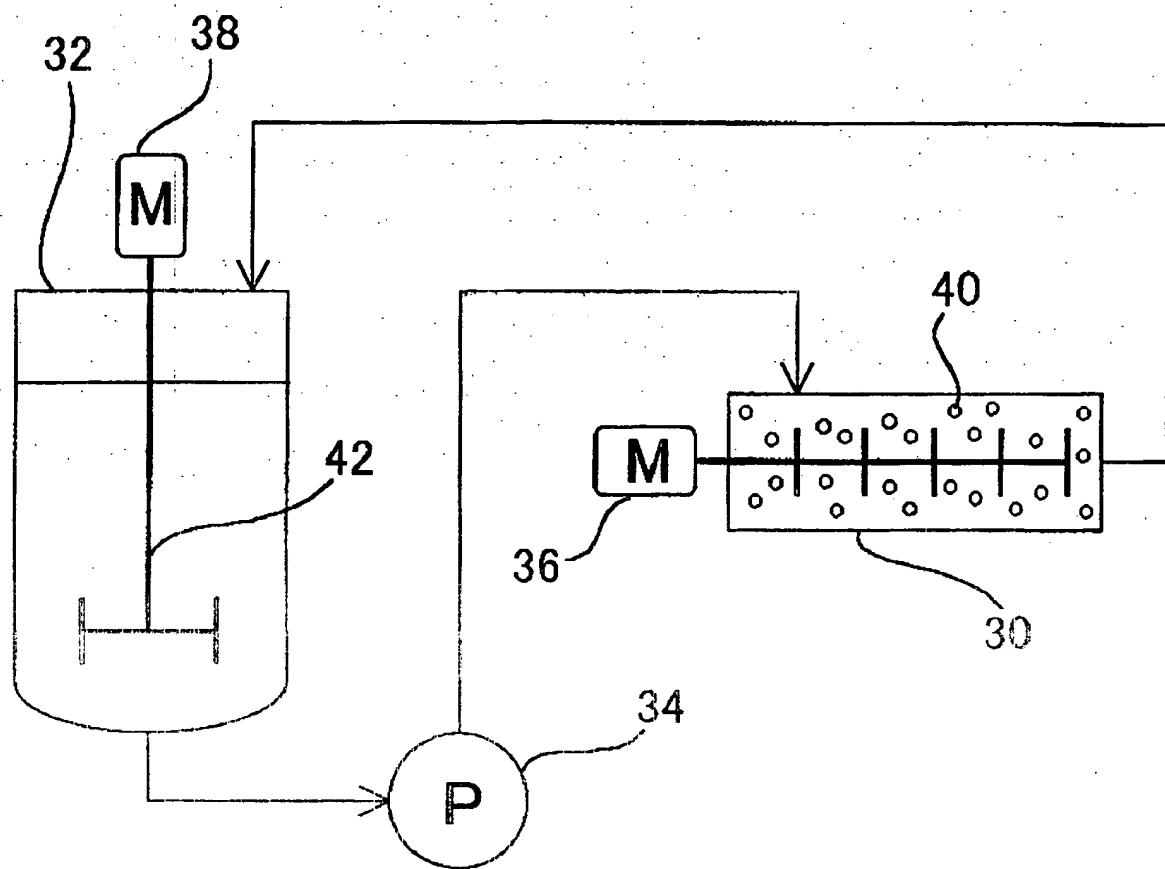


(B)



2/2

第2図



A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int.Cl' A61k7/02, A61K7/00, B01F7/00, B01F3/12

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int.Cl' A61k7/02, A61K7/00, B01F7/00, B01F3/12

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	J P, 9-286713, A (サンスター株式会社), 4. 11 月. 1997 (04. 11. 97), 特に特許請求の範囲及び実施 例, (ファミリーなし)	1-8, 25, 27-29
Y	E P, 546715, A1 (ハクメイア、イクウェイブマント、コー パレイシャン), 16. 6月. 1993 (16. 06. 93), 特に特許請求の範囲及び実施例 & U S, 5184783, A & J P, 5-345120, A	9-17, 18-24, 26, 30, 31
Y	J P, 9-2815, A (株式会社コーワー), 7. 1月. 199	1-31
Y	J P, 9-2815, A (株式会社コーワー), 7. 1月. 199	18-24

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す
もの「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日
以後に公表されたもの「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行
日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する
文献(理由を付す)

「C」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって
出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論
の理解のために引用するもの「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明
の新規性又は進歩性がないと考えられるもの「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以
上の文献との、当業者にとって自明である組合せに
よって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

22. 02. 01

国際調査報告の発送日

06.03.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許序審査官(権限のある職員)

上條 のぶよ

4 C 9454

上條

電話番号 03-3581-1101 内線 3450

C (続き) 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
	7 (07. 01. 97) , 特に特許請求の範囲及び実施例 (ファミリーなし)	
Y	JP, 9-2816, A (株式会社コーセー) , 7. 1月. 1997 (07. 01. 97) , 特に特許請求の範囲及び実施例 (ファミリーなし)	18-24
Y	WO, 98/16193, A1 (石原産業株式会社) , 23. 4月. 1998 (23. 04. 98) , 特に特許請求の範囲及び実施例 & JP, 9-208438, A	18-24